

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ORTAÖĞRETİM FEN VE MATEMATİK ALANLARI EĞİTİMİ ANABİLİM DALI  
KİMYA EĞİTİMİ PROGRAMI

BAZI 3-ALKİL (ARİL)-4-(p-NİTROBENZOİLAMİNO)-4, 5- DİHİDRO-1H-1,2,4-  
TRİAZOL-5-ON BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ

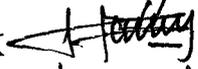
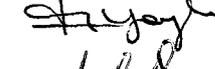
Ali KOLOMUÇ

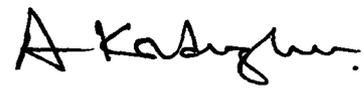
Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde  
“Yüksek Lisans (Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi)”  
Ünvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir

96768

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 23.05.2000

Tezin Sözlü Savunma Tarihi : 22.06.2000

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Haydar YÜKSEK   
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Nurettin YAYLI   
Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Şule BAHÇECİ 

Enstitü Müdürü : Prof. Dr. Asım KADIOĞLU 

Mayıs-2000

TRABZON

TC YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

## ÖNSÖZ

Bu yüksek lisans tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Eğitimi Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Programında yapılmıştır.

Çalışmada, nitrillerden başlanarak ve literatürde kayıtlı yöntemlerin kullanılması ile bir seri reaksiyon sonunda elde edilen 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin p-nitrobenzoilklorür ile reaksiyonları incelenerek karşın olan açilamino bileşikleri elde edilmiş ve yapıları mikroanaliz, IR, NMR ve UV spektroskopileri kullanılarak aydınlatılmıştır.

Tez çalışmasını planlayan, yöneten ve çalışmalarım boyunca yakın ilgi ve desteğini gördüğüm tez danışmanım değerli hocam, K.T.Ü Fatih Eğitim Fakültesi Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi Bölümü Bölüm Başkan Yardımcısı Sayın Doç.Dr Haydar YÜKSEK'e saygı ve teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Ayrıca çalışmalarım sırasında yardımlarını gördüğüm K.T.Ü Fatih Eğitim Fakültesi İlköğretim Bölümü Öğretim Üyelerinden sayın Yrd. Doç. Dr. Şule BAHÇECİ'ye, UV spektrumlarını alan Arş. Gör. Muzaffer ALKAN'a ve Arş. Gör. Haluk ÖZMEN'e yardımlarından dolayı teşekkür ederim.

Trabzon, Mayıs 2000

Ali KOLOMUÇ

## İÇİNDEKİLER

|   | <u>Sayfa No</u> |
|---|-----------------|
| ÖNSÖZ.....  | II              |
| İÇİNDEKİLER.....  | III             |
| ÖZET.....   | IV              |
| SUMMARY.....  | V               |
| ŞEKİLLER DİZİNİ.....  | VI              |
| TABLolar DİZİNİ.....  | VII             |
| SEMBOLLER DİZİNİ.....   | VIII            |
| 1. GENEL BİLGİLER.....  | 1               |
| 1.1. Giriş.....   | 2               |
| 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR.....  | 25              |
| 2.1. 3-Metil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67).....            | 27              |
| 2.2. 3-Etil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68).....             | 28              |
| 2.3 3-Benzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69).....            | 29              |
| 2.4. 3-p-Metilbenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on<br>(70)..... | 30              |
| 2.5. 3-p-Klorobenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on<br>(71)..... | 31              |
| 2.6. 3-Fenil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72).....            | 32              |
| 3. BULGULAR VE TARTIŞMA.....  | 33              |
| 4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....  | 41              |
| 5. KAYNAKLAR.....   | 42              |
| 6. EKLER.....   | 45              |
| ÖZGEÇMİŞ.....   | 75              |

## ÖZET

Bu çalışmada, bazı 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin p-nitrobenzoil klorür ile reaksiyonları incelenmiş, 6 yeni 3-alkil(aril)-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği sentezlenmiştir.

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin yapı aydınlatmaları için mikroanaliz, IR, NMR ve UV spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır.

**Anahtar kelimeler:**3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on, p-nitrobenzoil klorür, sentez.



## SUMMARY

### **The Synthesis of Some 3-Alkyl(Aryl)-4-(p-nitrobenzoylamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one Compounds.**

In this study, the reactions of some 3-alkyl(aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones with p-nitrobenzoyl chloride were investigated and 6 new 3-alkyl(aryl)-4-(p-nitrobenzoylamino)-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones were synthesized.

In order to identify the new compounds synthesized in the study, combustion analyses and spectroscopic methods including IR, NMR and UV were used.

**Keywords** : 3-Alkyl(Aryl)-4-amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-one, p-nitrobenzoyl chloride, Synthesis.

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

|              |   |    |
|--------------|---|----|
| Ek Şekil 1.  | 67 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 46 |
| Ek Şekil 2.  | 67 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....  | 47 |
| Ek Şekil 3.  | 67 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 48 |
| Ek Şekil 4.  | 67 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 49 |
| Ek Şekil 5.  | 68 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 50 |
| Ek Şekil 6.  | 68 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 51 |
| Ek Şekil 7.  | 68 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 52 |
| Ek Şekil 8.  | 69 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 53 |
| Ek Şekil 9.  | 69 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....  | 54 |
| Ek Şekil 10. | 69 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 55 |
| Ek Şekil 11. | 69 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 56 |
| Ek Şekil 12. | 70 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 57 |
| Ek Şekil 13. | 70 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....  | 58 |
| Ek Şekil 14. | 70 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 59 |
| Ek Şekil 15. | 70 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 60 |
| Ek Şekil 16. | 71 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 61 |
| Ek Şekil 17. | 71 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....  | 62 |
| Ek Şekil 18. | 71 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 63 |
| Ek Şekil 19. | 71 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 64 |
| Ek Şekil 20. | 72 Bileşiğinin IR Spektrumu.....                  | 65 |
| Ek Şekil 21. | 72 Bileşiğinin <sup>1</sup> H-NMR Spektrumu.....  | 66 |
| Ek Şekil 22. | 72 Bileşiğinin <sup>13</sup> C-NMR Spektrumu..... | 67 |
| Ek Şekil 23. | 72 Bileşiğinin UV Spektrumu.....                  | 68 |

## TABLolar DİZİNİ

### Sayfa No

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Tablo 1.  | Formüller Tablosu   | 1  |
| Tablo 2.  | 67 Bileşğinin IR, <sup>1</sup> H-NMR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri..... | 34 |
| Tablo 3.  | 68 Bileşğinin IR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri.....                     | 35 |
| Tablo 4.  | 69 Bileşğinin IR, <sup>1</sup> H-NMR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri..... | 36 |
| Tablo 5.  | 70 Bileşğinin IR, <sup>1</sup> H-NMR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri..... | 37 |
| Tablo 6.  | 71 Bileşğinin IR, <sup>1</sup> H-NMR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri..... | 38 |
| Tablo 7.  | 72 Bileşğinin IR, <sup>1</sup> H-NMR, <sup>13</sup> C-NMR ve UV Verileri..... | 39 |
| Tablo 8.  | 67 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 69 |
| Tablo 9.  | 68 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 70 |
| Tablo 10. | 69 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 71 |
| Tablo 11. | 70 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 72 |
| Tablo 12. | 71 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 73 |
| Tablo 13. | 72 Bileşğinin Elementel Analiz Raporu.....                                    | 74 |

## SEMBOLLER DİZİNİ

**A** : Absorbans

**$\delta$**  : Kimyasal kayma (ppm)

**$\epsilon$**  : Molar absorbtiflik katsayısı

**$\lambda$**  : Dalga boyu (nm)

**$\nu$**  : Dalga sayısı ( $\text{cm}^{-1}$ )



# 1. GENEL BİLGİLER

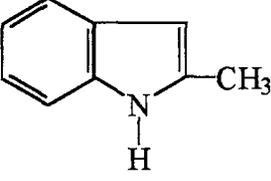
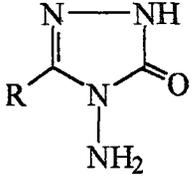
## 1.1.Giriş

Bazı 3-Alkil(Aril)-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi" başlıklı bu çalışmada, öncelikle, literatürde kayıtlı olan 6 adet 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiği sentezlenmiştir.

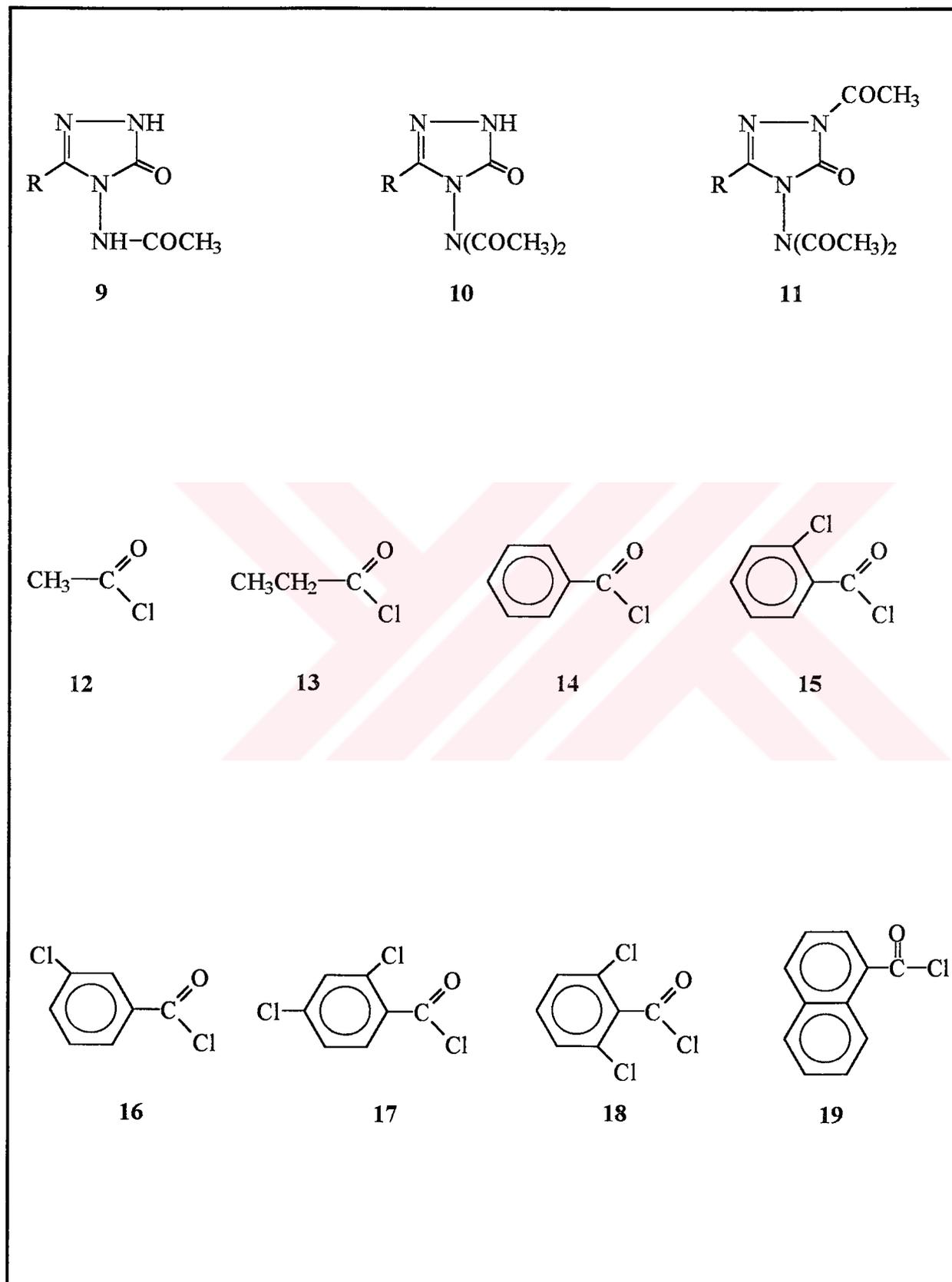
Bu işlem, literatürde kayıtlı yöntemlerin uygulanması sonucu, nitrillerden başlanarak sentezlenen 6 adet hidroklorür bileşiği üzerinden 6 adet ester etoksikarbonil bileşiğinin elde edilmesi ve bunların da hidrazinhidrat ile muamelesi sonucu gerçekleştirilmiştir. Böylece literatürde kayıtlı toplam 18 bileşiğin sentezi yapılmıştır. Bunu izleyerek, 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on bileşiklerinin yağ banyosunda kuru kuruya p-nitrobenzoil klorür ile reaksiyonları incelenmiş ve 6 yeni bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen yeni bileşiklerin yapıları mikroanaliz, IR, NMR ve UV spektroskopik yöntemleri kullanılarak aydınlatılmıştır.

Çalışma ile ilgili literatürde kayıtlı tüm bileşiklerin ve sentezlenen yeni bileşiklerin formülleri "Formüller Tablosu" başlığı altında aşağıda verilmiştir.

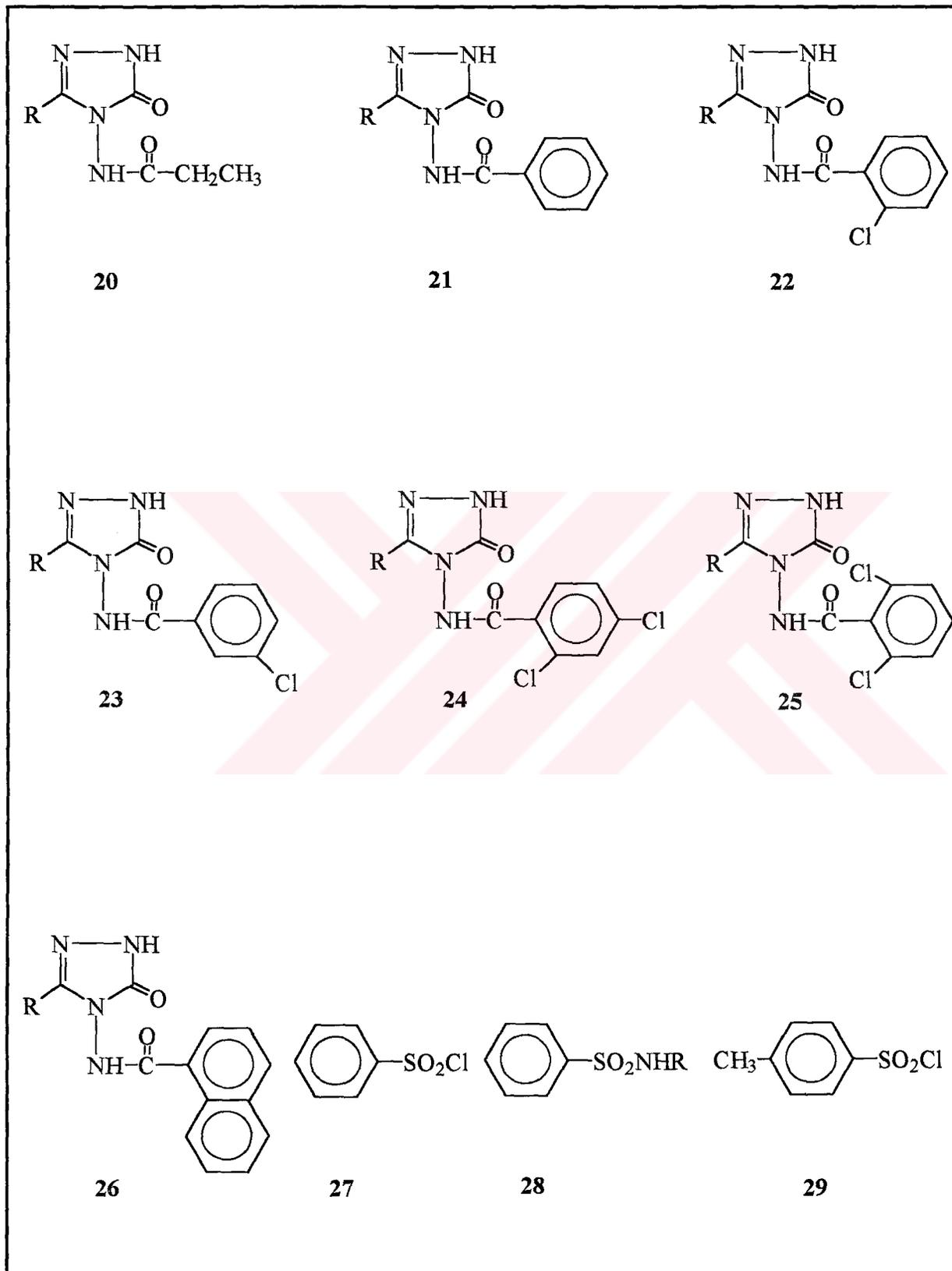
Tablo 1. Formüller Tablosu

|   |  |   |   |
|---|--|---|---|
| $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{Cl} \end{array}$            | $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{NH}-\text{R}' \end{array}$   | $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{NR}'\text{R}'' \end{array}$ | $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{Ar}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{Cl} \end{array}$ |
| 1   | 2  | 3   | 4   |
| $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{Ar}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{NH}-\text{R}' \end{array}$ | $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{Ar}-\text{C} \\ \backslash \\ \text{NR}'\text{R}'' \end{array}$ |                              |                   |
| 5   | 6  | 7   | 8   |
|   |  | 8a : R= CH <sub>3</sub>   | 8d : R= CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CH <sub>3</sub> (-p)                            |
|   |  | 8b : R= CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>   | 8e : R= CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl (-p)   |
|   |  | 8c : R= CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>   | 8f : R= C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>   |

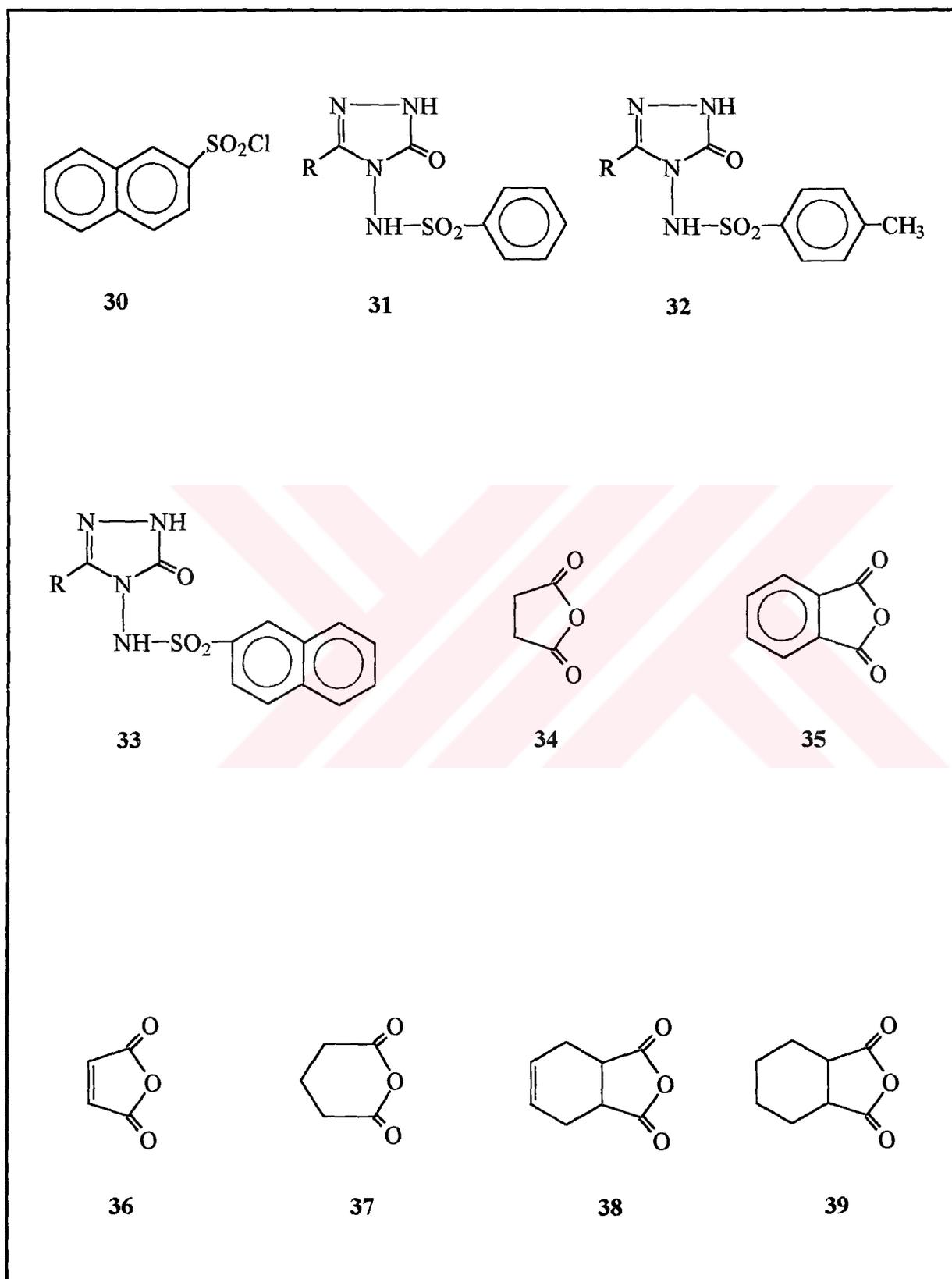
Tablo 1'in devamı



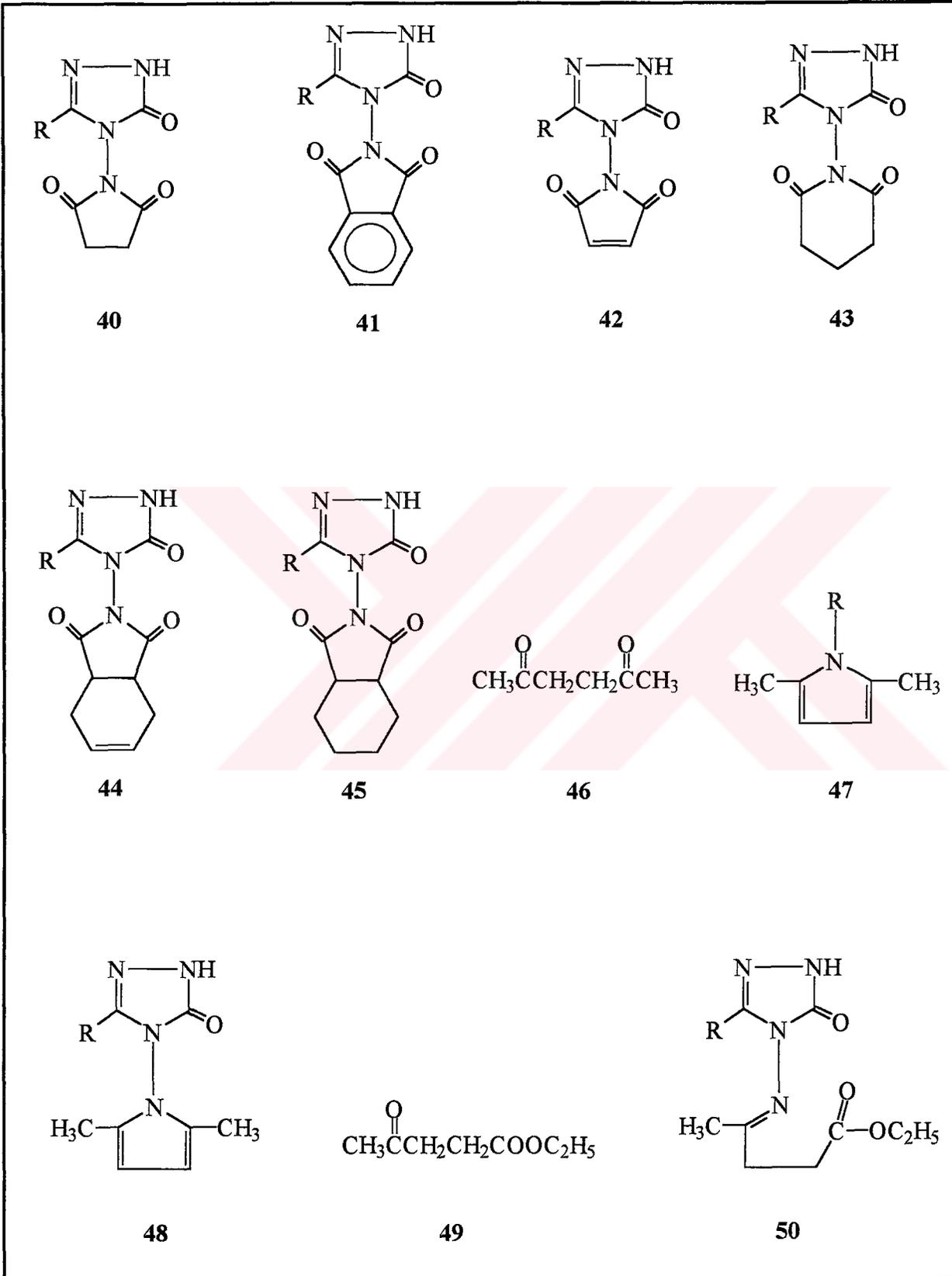
Tablo 1'in devamı



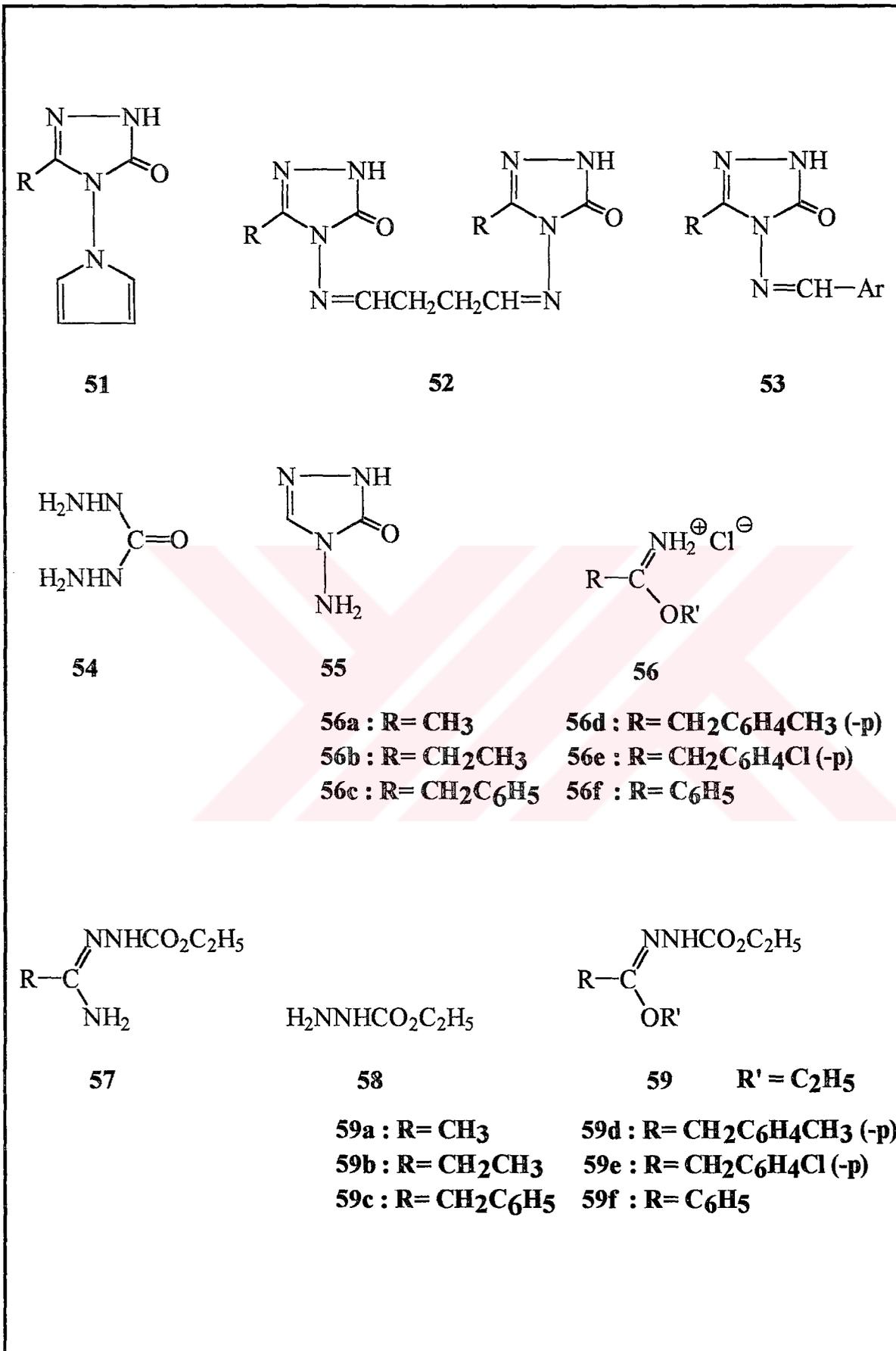
Tablo 1'in devamı



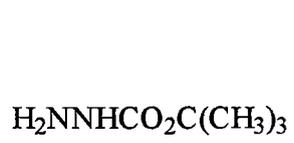
Tablo 1'in devamı



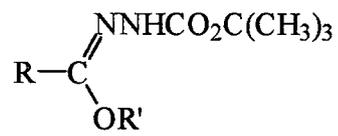
Tablo 1'in devamı



Tablo 1'in devamı



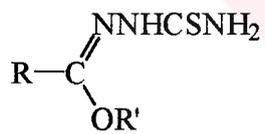
60



61



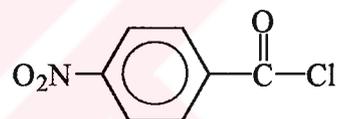
62



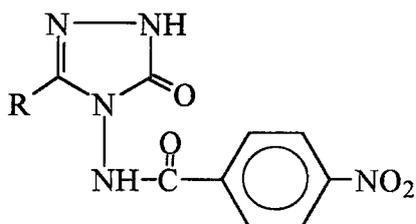
63



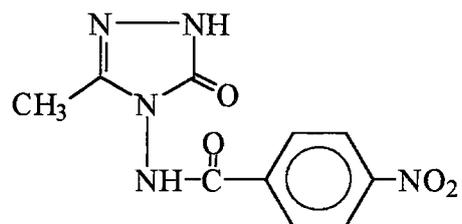
64



65

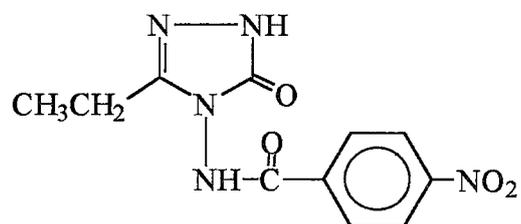


66

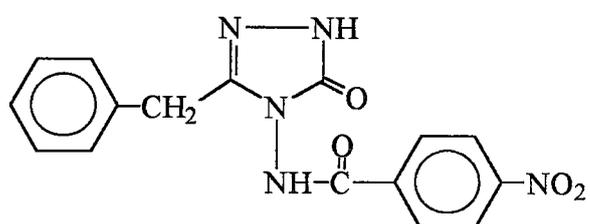


67

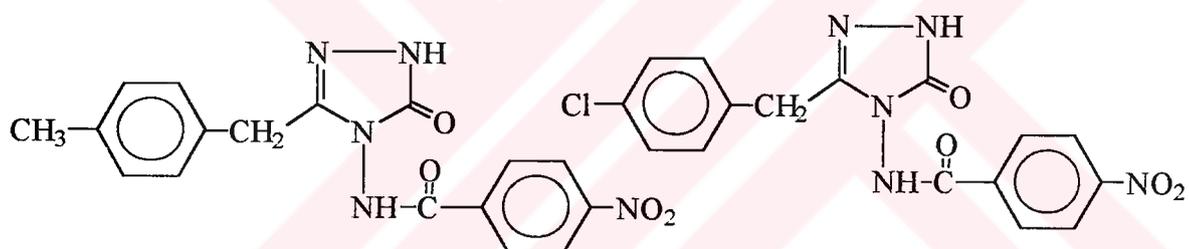
Tablo 1'in devamı



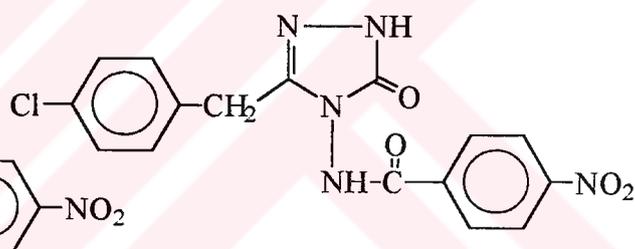
68



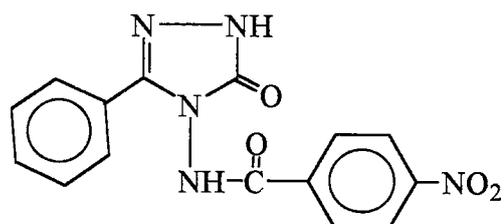
69



70

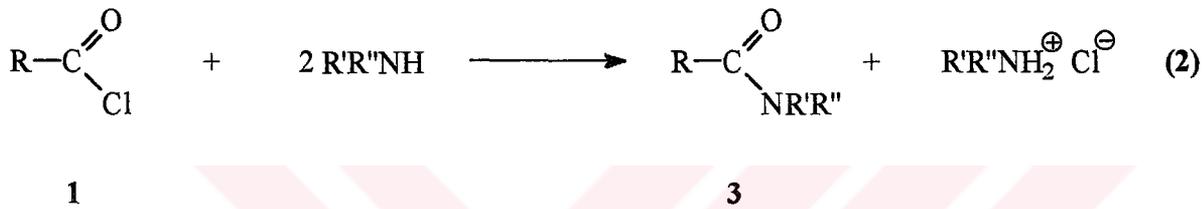
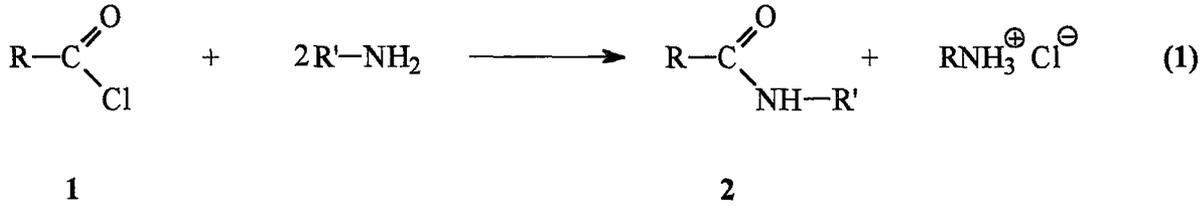


71

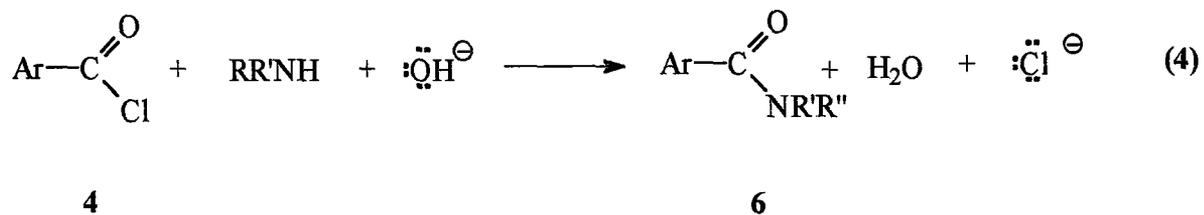
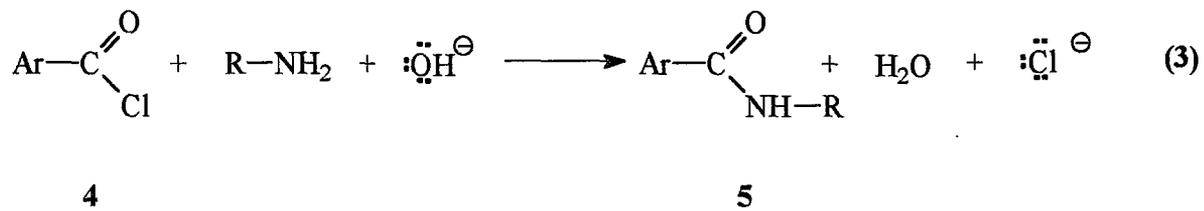


72

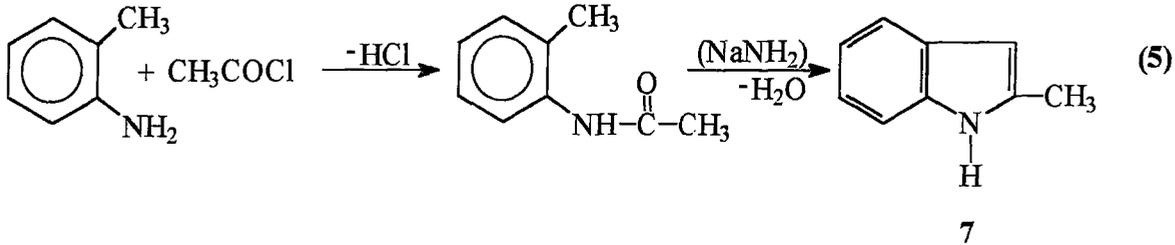
Açıl halojenürlerin (1) primer aminler ile reaksiyonundan N-substitue amidlerin (2), sekonder aminlerle reaksiyonundan ise N,N-disubstitue amidlerin (3) oluştuğu bilinmektedir (Denklem 1, Denklem 2) [1-4].



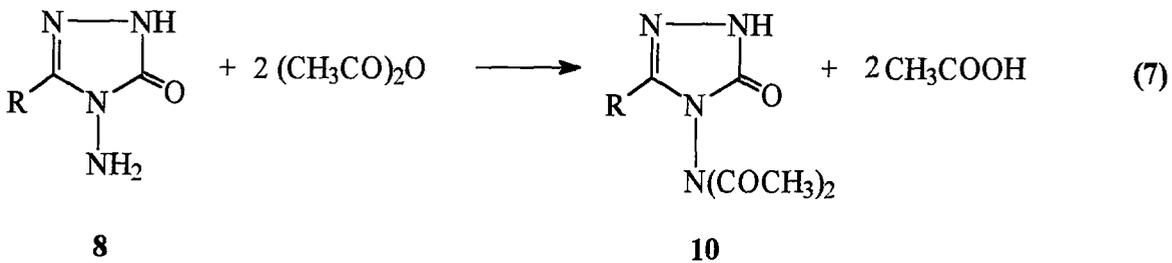
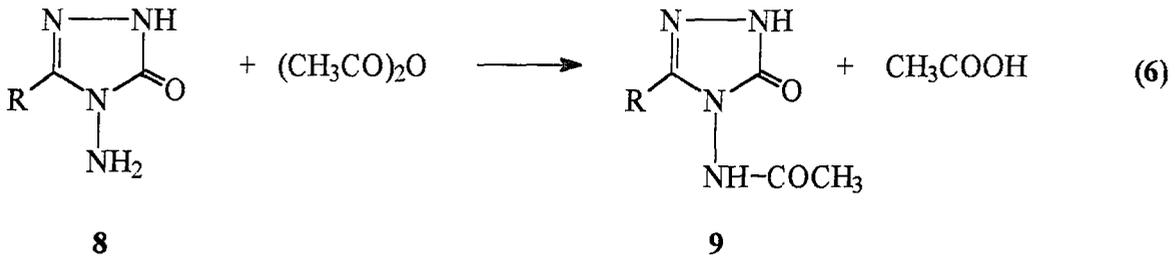
Aromatik asit halojenürlerinin (4), 1° ve 2° aminlerle reaksiyonu (4) ise düşük reaktiviteleri nedeniyle Schotten-Baumaun Reaksiyonu ile mümkün olur. Bu yöntem uyarınca reaksiyon sulu NaOH veya piridin gibi organik bazın bulunduğu ortamda gerçekleştirilir (Denklem 3, Denklem 4) [1-4].

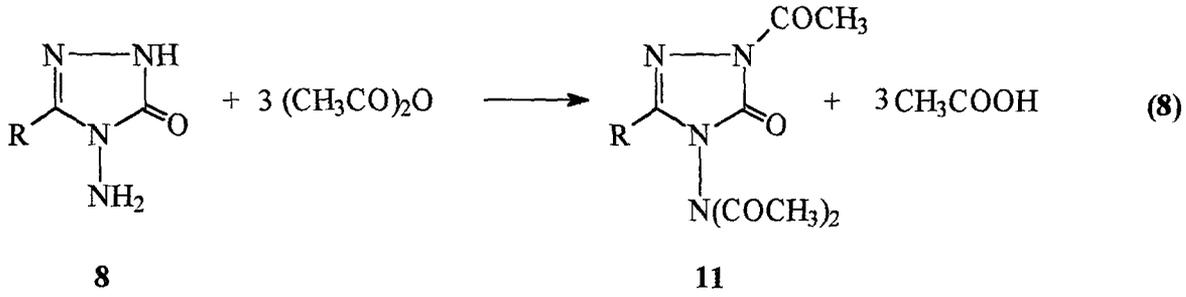


Aromatik ve heteroaromatik birçok 1° aminin de açıl halojenürler ile açillendirme reaksiyonu verdiği bilinmektedir [5]. o-Toluidinden  $\alpha$ -metil indol'ün [7] elde edilmesi pek çok örnekten sadece bir tanesidir (Denklemler 5) [5].

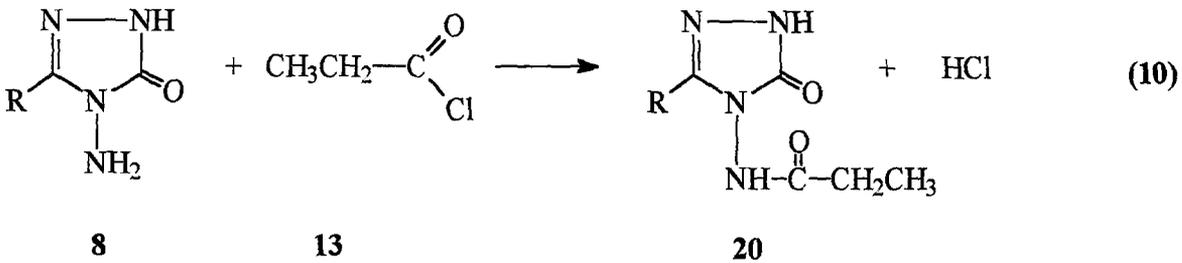
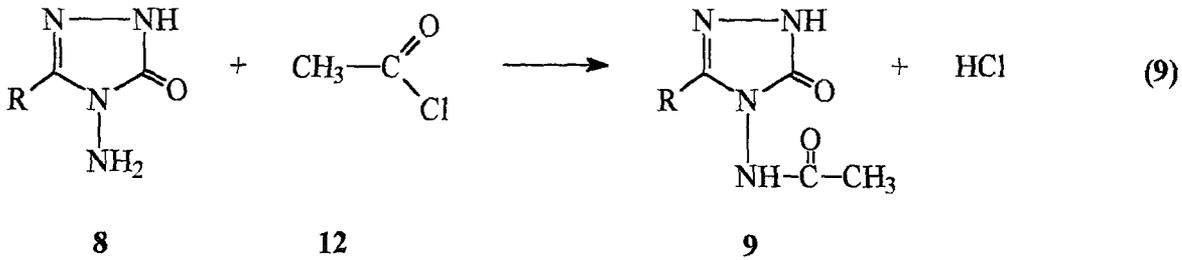


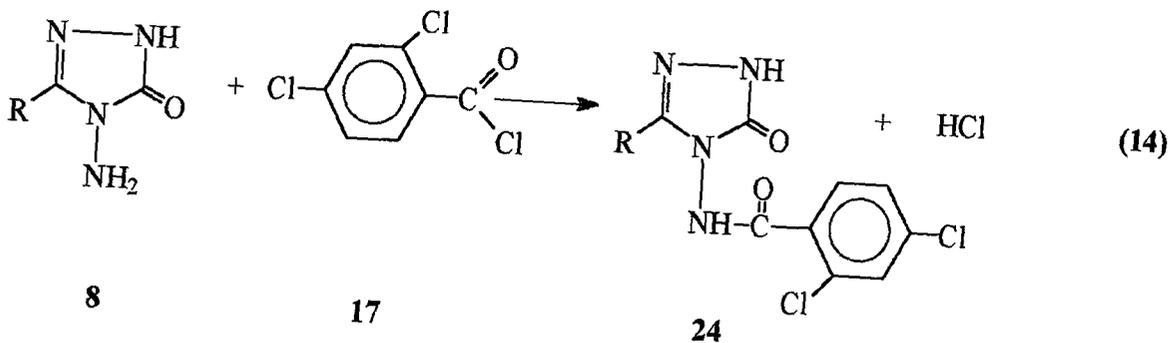
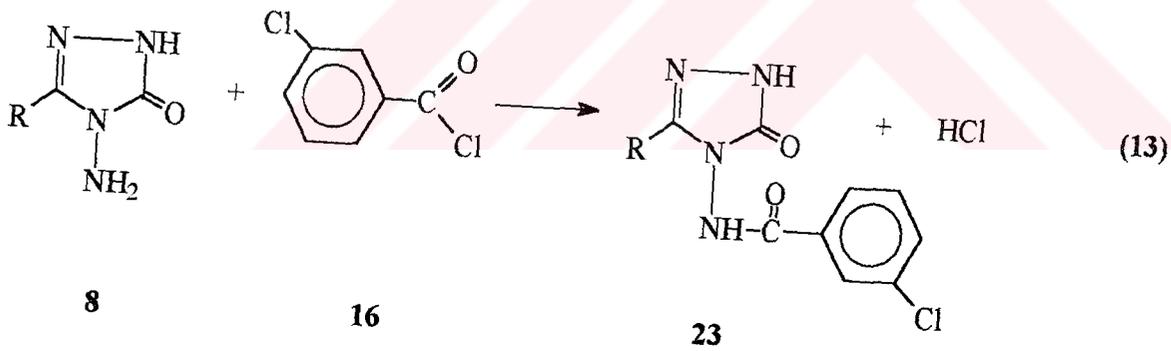
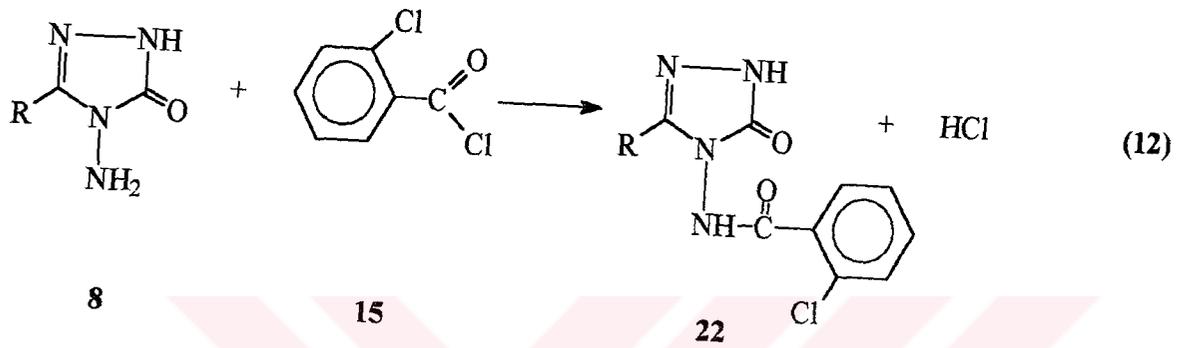
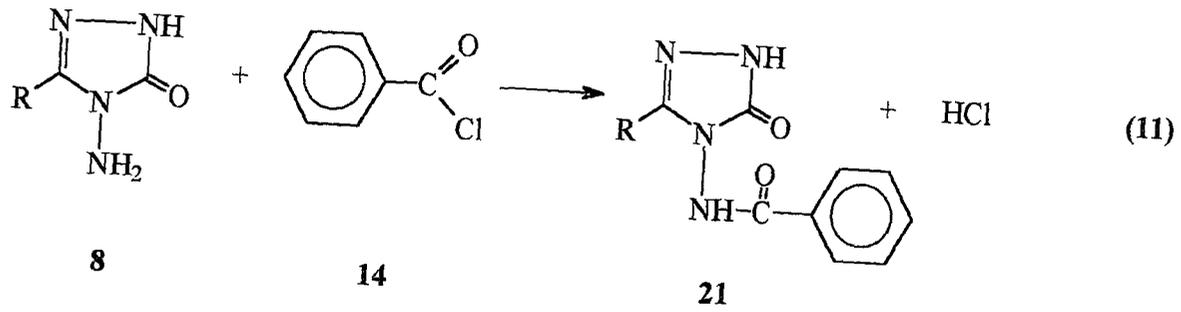
Benzer şekilde heterohalkalı 1° aminler olan 3-alkil (aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin de asetik anhidrit ile asetillendirme reaksiyonları verdikleri ve reaksiyon koşullarına bağlı olarak monoasetil türevi olan 3-alkil (aril)-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (9); diasetil türevi olan 3-alkil (aril)-4-diasetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (10) ve triasetil türevi olan 1-asetil-3-alkil (aril)-4-(diasetilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (11) bileşiklerinin elde edildiği bildirilmiştir (Denklemler 6-8) [6,7].

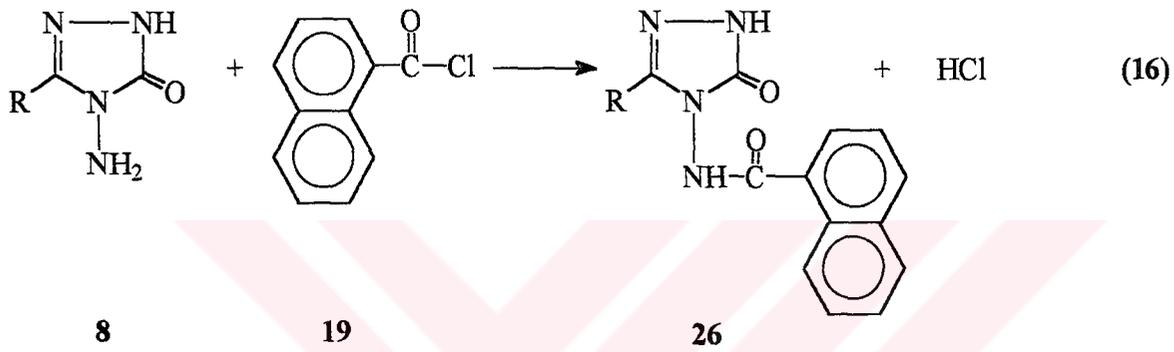
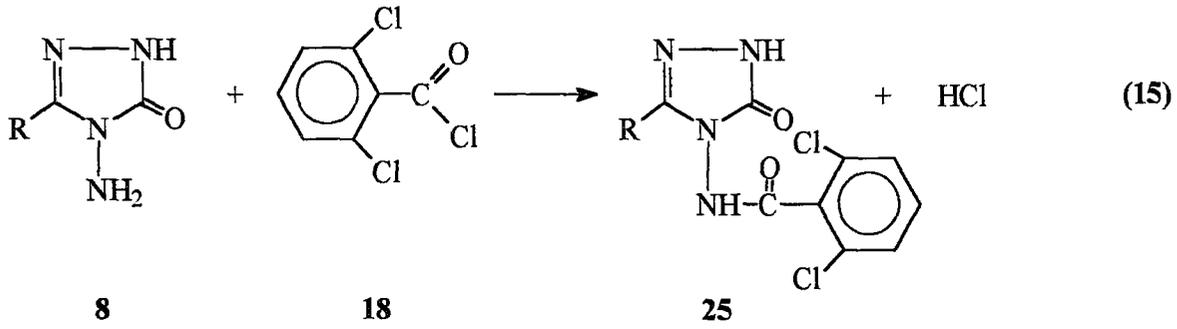




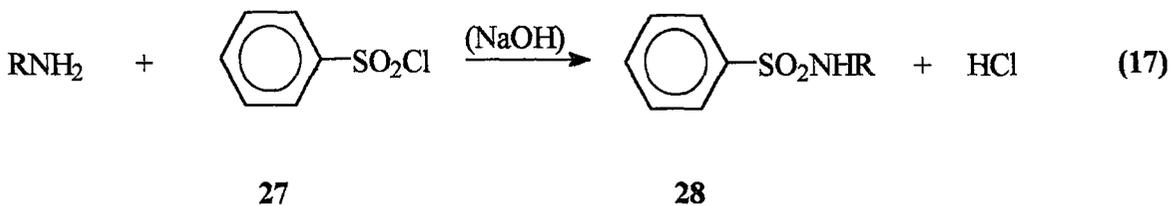
Yakın zamanlarda gerçekleştirilen bir çalışmada 3-alkil (aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin birer açıl halojenür olan asetilklorür (12), propionilklorür (13), benzoil klorür (14), o-klorobenzoil klorür (15), m-klorobenzoil klorür (16), 2,4-diklorobenzoil klorür (17), 2,6-diklorobenzoil klorür (18) ve  $\alpha$ -naftoil klorür (19) ile reaksiyonları ayrı ayrı incelenerek karşın olan, sırası ile, 3-alkil (aril)-4-asetilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (9) 3-alkil(aril)-4-propionamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (20) 3-alkil(aril)-4-benzoilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (21) 3-alkil(aril)-4-(o-klorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (22) 3-alkil (aril)-4-(2,4-dihidroklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (24) 3-alkil (aril)-4-(2,6-dihidroklorobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (25) ve 3-alkil (aril)-4-( $\alpha$ -naftoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (26) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 9-16) [8].

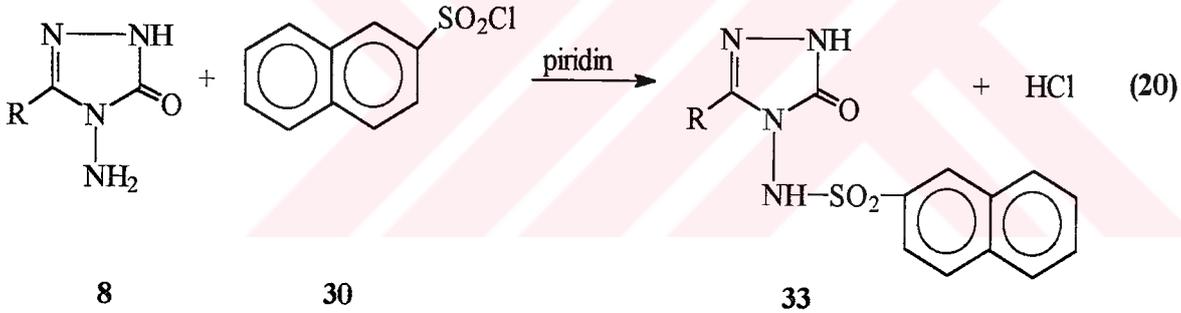
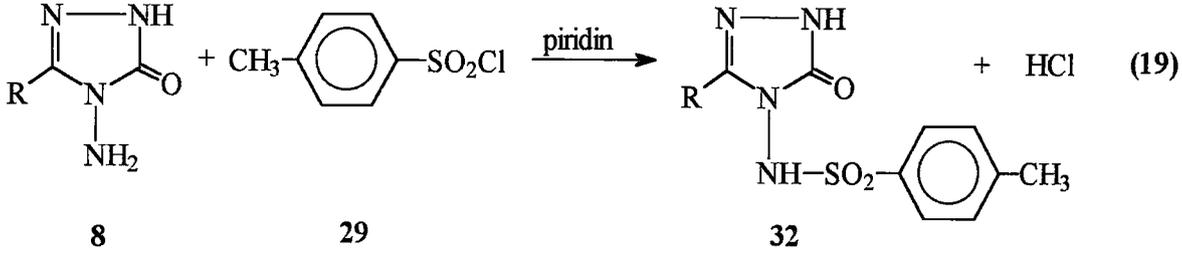
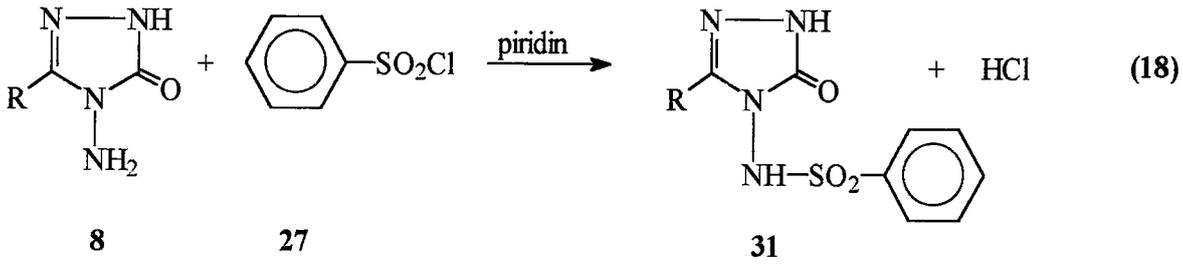






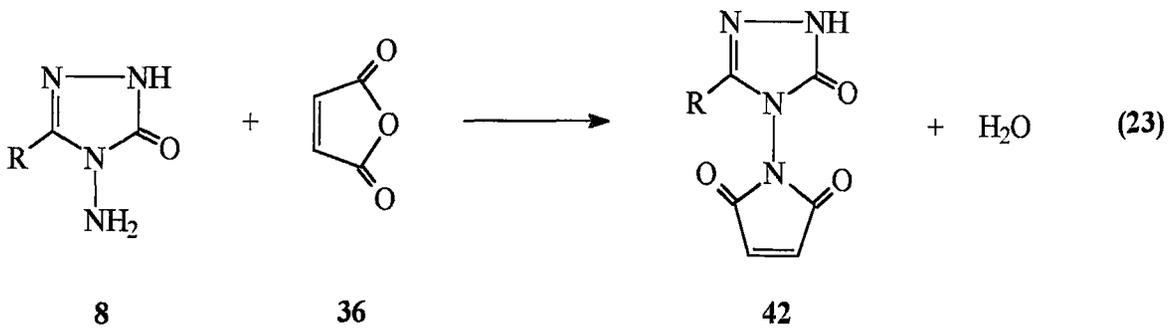
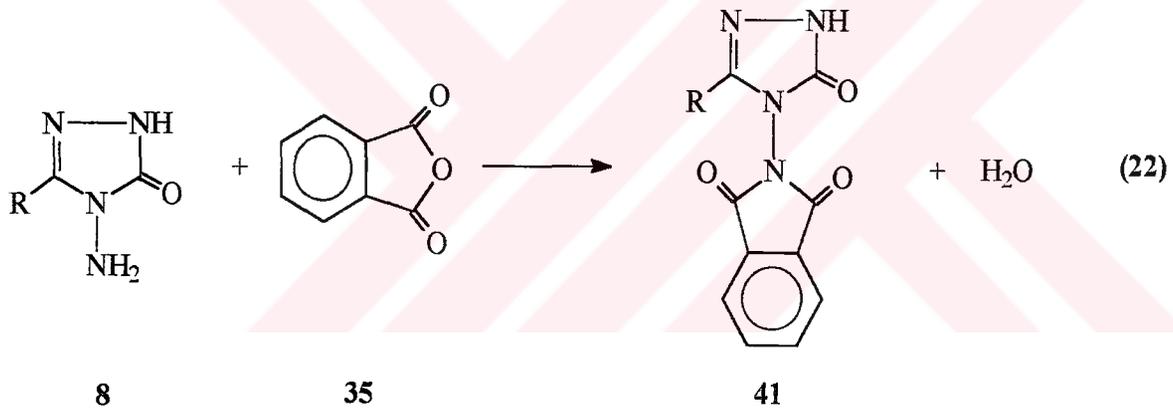
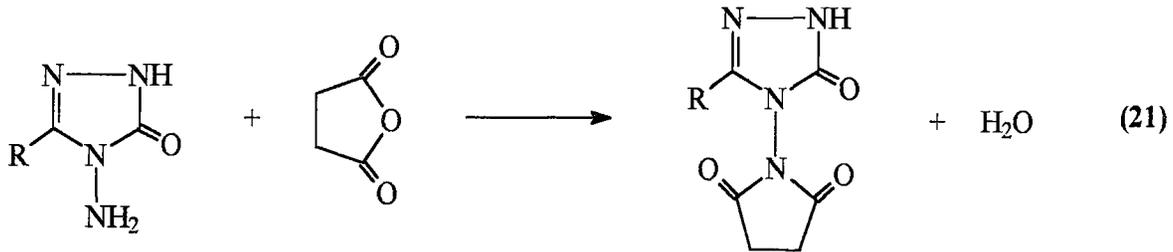
Primer aminlerin benzensulfonil klorür (27) ile reaksiyonundan benzensulfonamid (28) türevlerinin oluştuğu bilinmektedir (Denklem 17)[1]. Benzer bir çalışmada, 3-alkil (aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin benzensulfonil klorür (27), p-toluensulfonil klorür (29) ve naftalen-2-sulfonil klorür (30) ile reaksiyonundan karşın olan 3-alkil(aril)-4-benzensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (31) 3-alkil(aril)-4-p-toluensulfonilamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (32) ve 3-alkil(aril)-4-(naftalen-2-sulfonilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (33) bileşiklerinin oluştuğu belirlenmiştir (Denklem 18-20)[8].

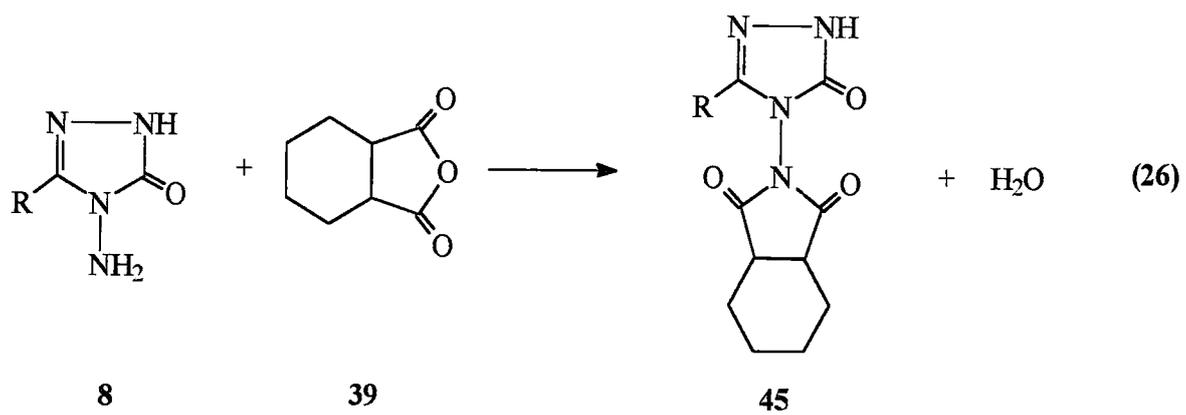
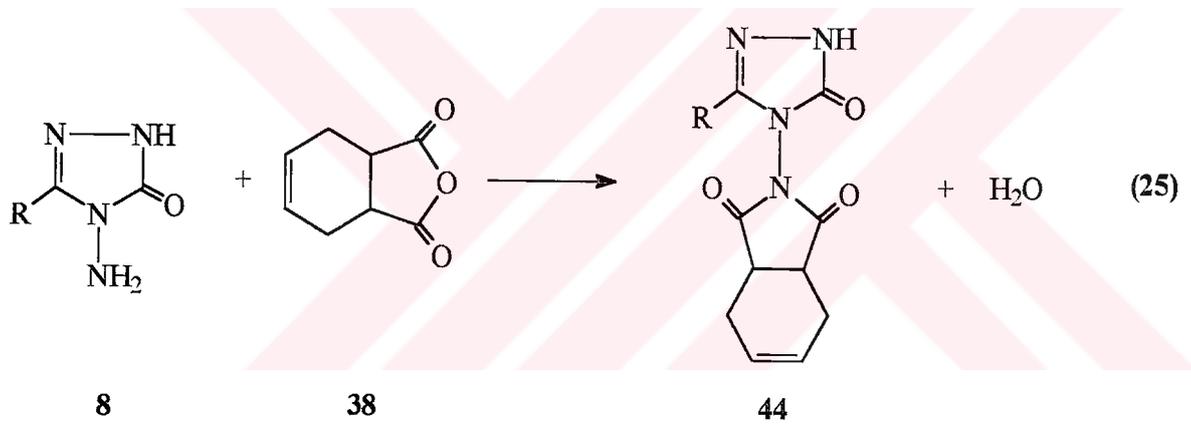
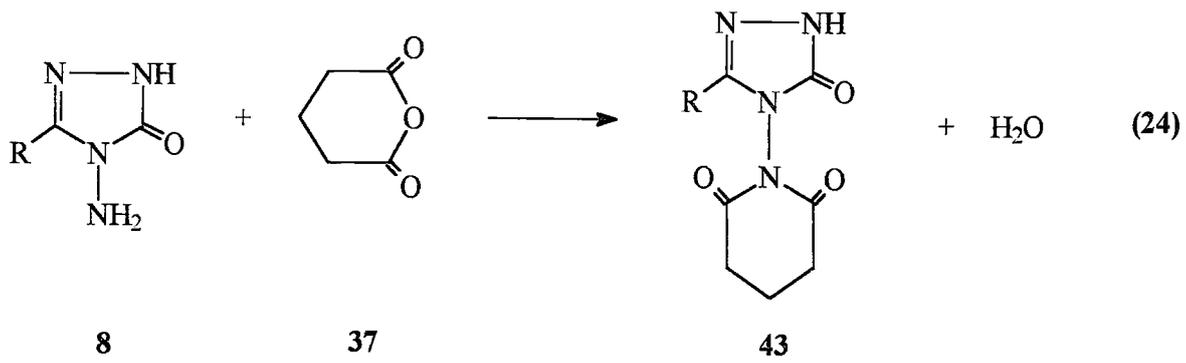




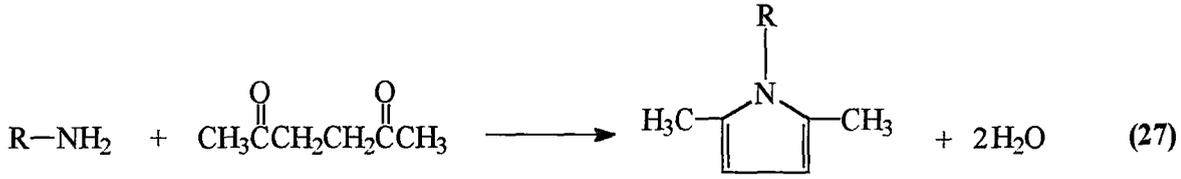
Son yıllarda 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin dikarboksilli asid hidrazidleri olan suksinik anhidridleri (34), ftalik anhidridleri (35), maleik anhidridleri (36), glutarikanhidridleri (37), cis-1,2,3,6-tetrahidroftalik anhidridleri (38) ve cis-hegzahidroftalik anhidritleri (39) ile reaksiyonları incelenmiş ve N,N<sup>1</sup>-bağlı biheterohalkalı bileşikler olan 3-alkil(aril)-4-suksinimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (40) 3-alkil(aril)-4-ftalimido-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (41) 3-alkil(aril)-4-(2,5-dihidropirrol-2,5-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (42) 3-alkil(aril)-4-(piperidin-2,6-dion-1-il)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (43) 3-alkil(aril)-4-(cis-1,2,3,6-tetrahidroftalimido)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (44) ve 3-alkil(aril)-4-(cis-

heksahidroftalimido)- 4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (45) bileşikleri elde edilmiştir (Denklem 21-26) [6,9-13].



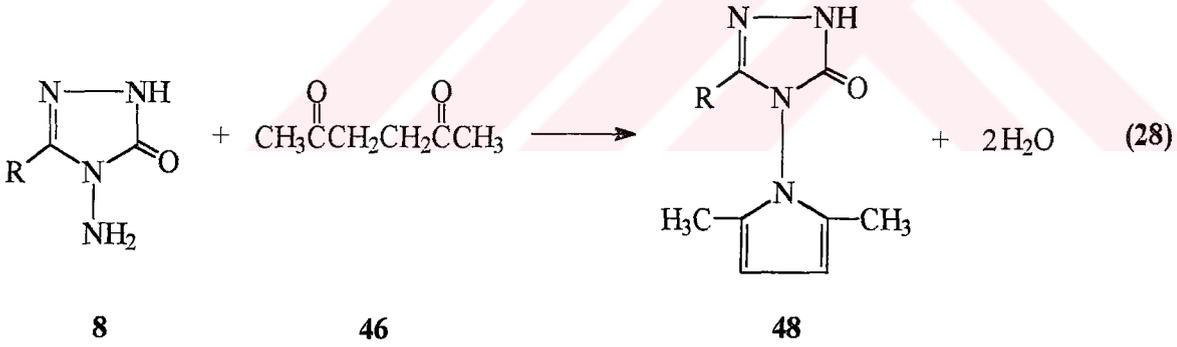


1,4-diketon veya dialdehidlerin  $\text{NH}_3$  ve primer aminlerle reaksiyonunun Paul-Knorr sentezi uyarınca pirrol yada pirrol türevlerinin oluşumu ile sonuçlandığı bilinmektedir [5]. Nitekim, bir primer aminin asetonil aseton (46) ile muamelesi 1-alkil-2,5-dimetilpirrol (47) oluşumu ile sonuçlanır (Denklem 27). Bir primer amin olan 8 bileşiğinin 1,4-dikarbonil bileşiği olan asetonil aseton (46) ile reaksiyonu incelendiği bir çalışmada beklenen 1-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-pirrol (48) bileşiklerinin ele geçtiği, ancak, etil-4-oksopentanoat ile reaksiyonundan 47 tipi  $\text{N},\text{N}^1$ -bağlı bileşiklerin değil, 50 tipi bileşiklerin ele geçtiği bildirilmiştir (Denklem 28, Denklem 29) [6,14].



46

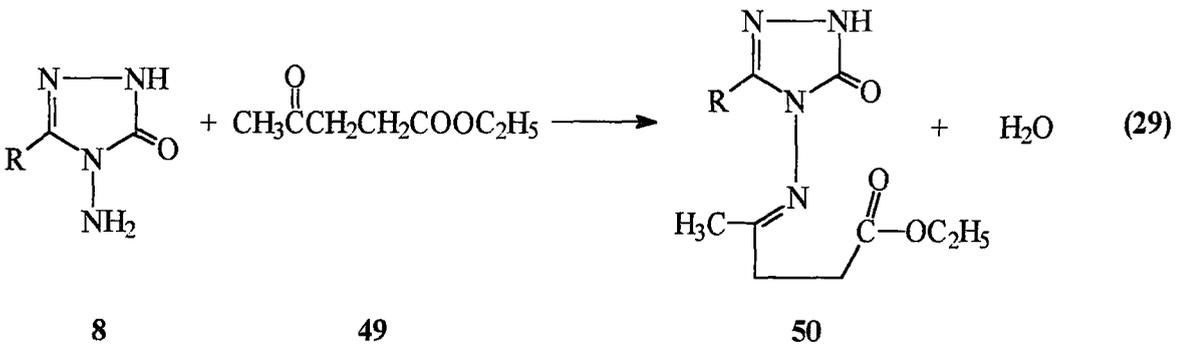
47



8

46

48

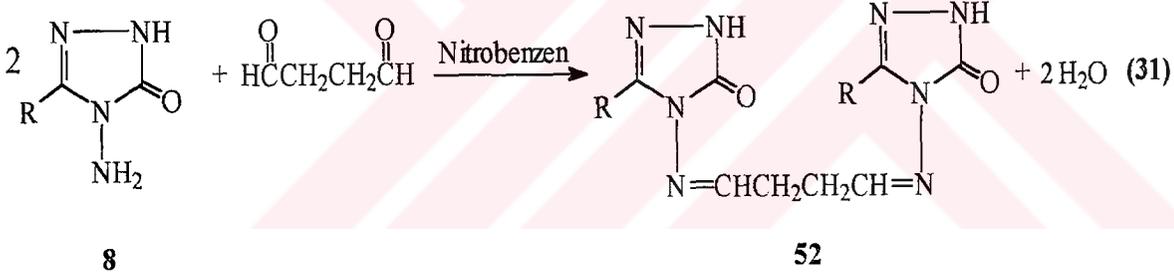
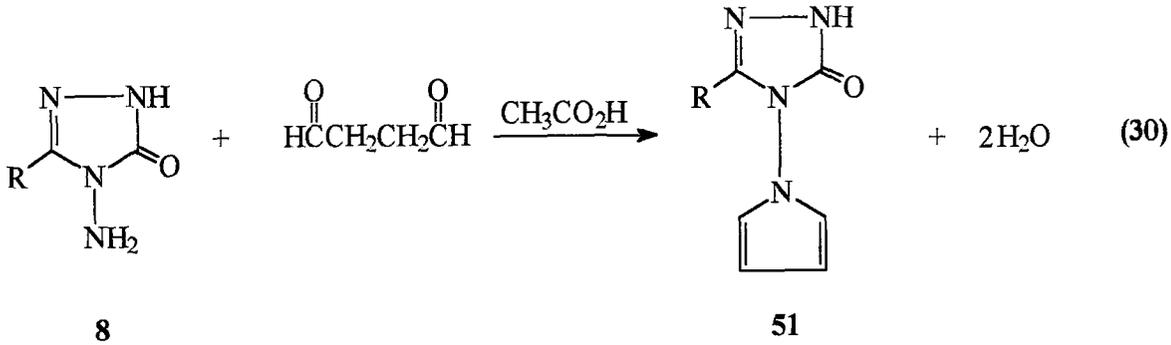


8

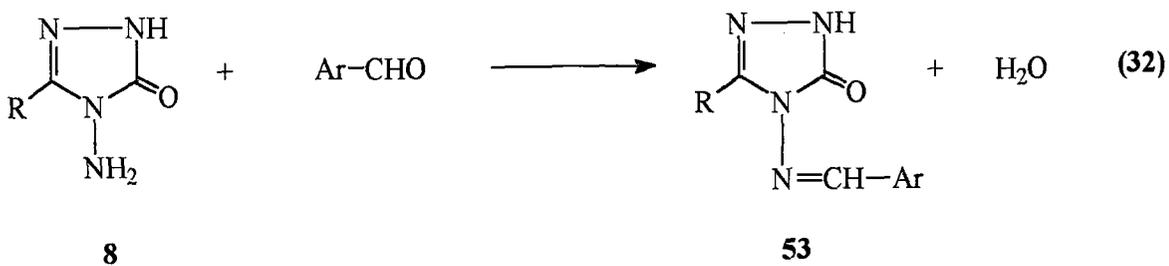
49

50

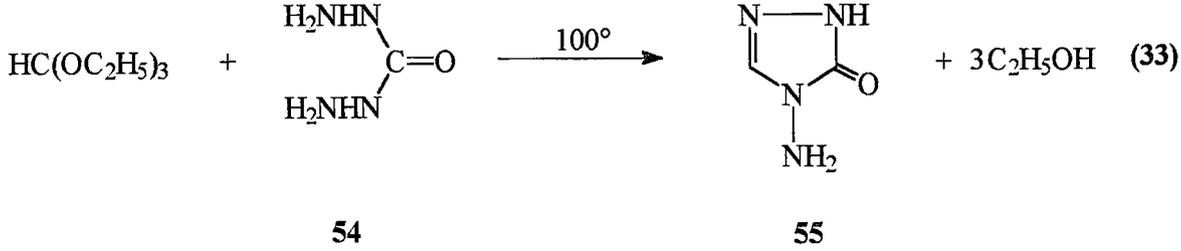
Son yıllarda gerçekleştirilen benzer bir çalışmada 8 tipi bileşiklerinin 2,5-dimetoksitetrahydrofuran ile reaksiyonu incelenmiş ve reaksiyon koşullarına bağlı olarak 1-(3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4-il)-pirrol [51] ve N,N<sup>1</sup>-bis (3-alkil-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on-4 -il)-1,4-butandiimin (52) lerin oluştuğu saptanmıştır (Denklem 30, Denklem 31) [15].



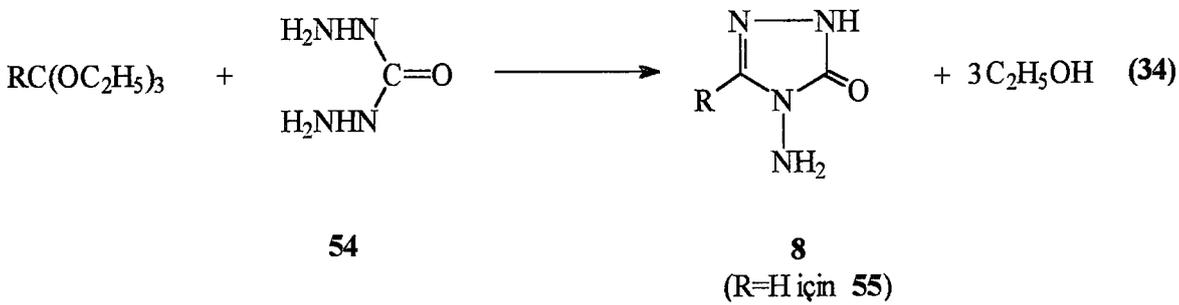
Aminlerin özellikle aromatik aldehydler ile reaksiyonundan Schiff Bazlarının oluştuğu bilinmekte olup, 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin farklı aromatik ve hetero aromatik aldehytler ile reaksiyonları birçok çalışmada incelenmiş ve karşın olan 53 bileşiklerinin ele geçtiği bildirilmiştir (Denklem 32) [16-25].



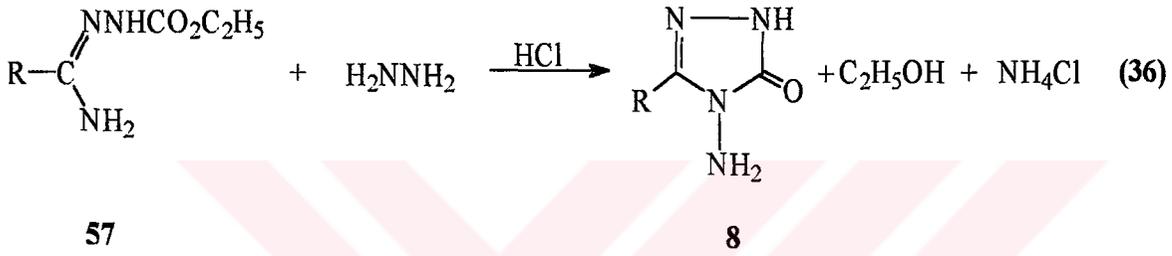
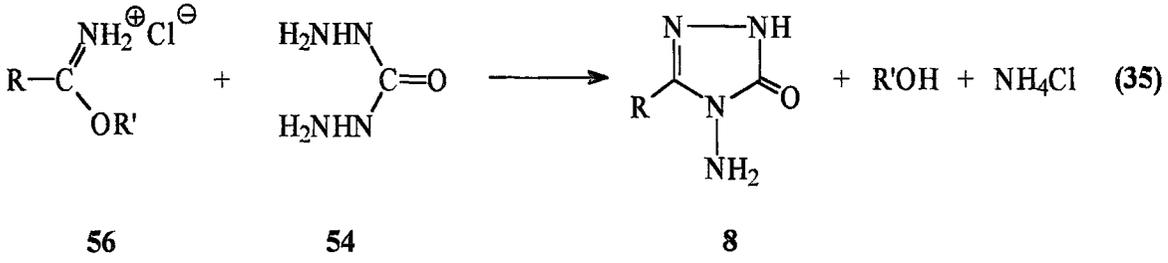
Çeşitli reaksiyonları özetlenen ve bu çalışmada da bazı reaksiyonları incelenen 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) tipi bileşiklerinin sentezi amacıyla bugüne kadar bazı yöntemler gerçekleştirilmiştir. 8 tipi bileşiklerin en basit üyesi olan 4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (55) bileşiği ilk elde edilen üyesi de olup, etil ortoformatın karbohidrazit (54) ile muamelesinden elde edilmiştir (Denklem 33) [26].



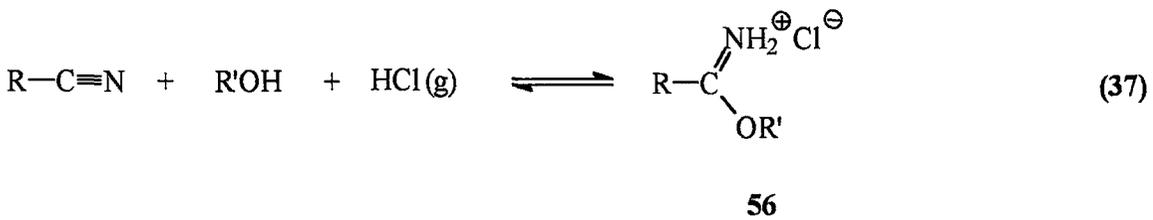
Bu çalışmadan uzun yıllar sonra karbohidrazidin (54) etilortoformat ile reaksiyonu yeniden incelenmiştir. Bunun yanında etilortoasetat ve etilortopropionat ile de karbohidrazid'in (54) reaksiyonları incelenmiş ve (55) bileşiği yanında 8 tipi bileşikler olan 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8a) ve 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8b) bileşikleri elde edilerek sınırlı sayıya 8 tipi bileşiğin sentezi gerçekleştirilmiştir (Denklem 34) [27].



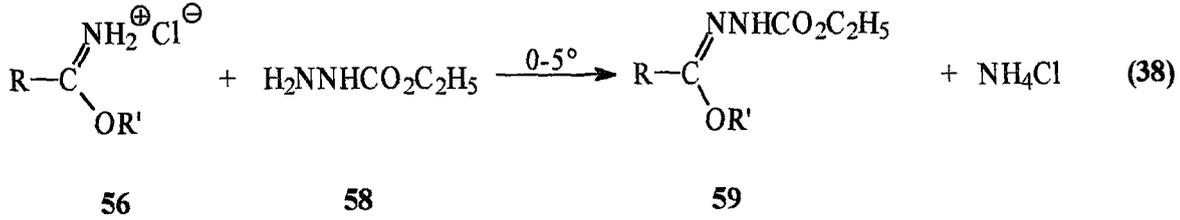
3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerin sentezine yönelik genel metod niteliğinde geliştirilen iki çalışmadan birinde alkil imidat hidroklorürlerin (56) karbohidrazid (54) ile, diğerinde ise amid etoksikarbohidrazonların (57) hidrazin ile reaksiyonundan yararlandığı bildirilmiştir (Denklem 35, Denklem 36) [28, 29].



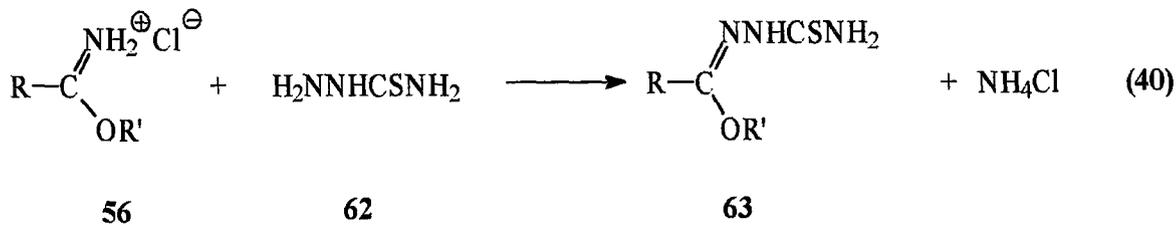
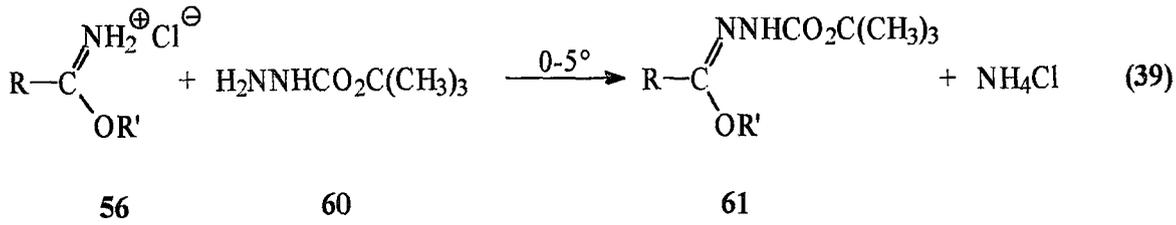
3-Alkil(Aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin sentezi için en uygun olan ve bu çalışmada da kullanılan yöntemde ise nitrillerden 1892’de ‘Pinner Yöntemi’ olarak bilinen yöntemle elde edilen alkil imidat hidroklorürler (iminoester hidroklorürler) (56) başlangıç bileşiği olarak kullanılmıştır. Pinner Yöntemine göre, bir nitril bir susuz alkol ile (genellikle etil alkol), bir susuz çözücü içinde (genellikle dietileter) soğukta HCl gazı ile muamele edilerek 56 tipi bileşikler elde edilir (Denklem 37)[30]. Bu yöntemin uygulanması ile son yıllarda 56 tipi yeni bileşikler elde edilmiştir [6,7]



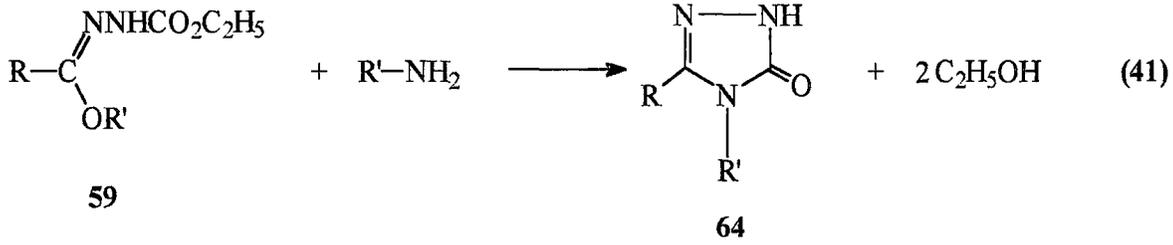
Alkil imidat hidroklorürlerin bugüne kadar birçok reaksiyonu incelenmiş olup [31], hidrazin türevi olarak kullanılan etil karbazat (58) ile düşük sıcaklıklardaki reaksiyonundan  $-OR^1$  grubunun korunması ve  $NH_4Cl$ 'ün ayrılması sonucu 8 tipi bileşiklerin sentezinde kullanılan ester etoksikarbonilhidrazonların (59) oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 38) [32,33,6,7].



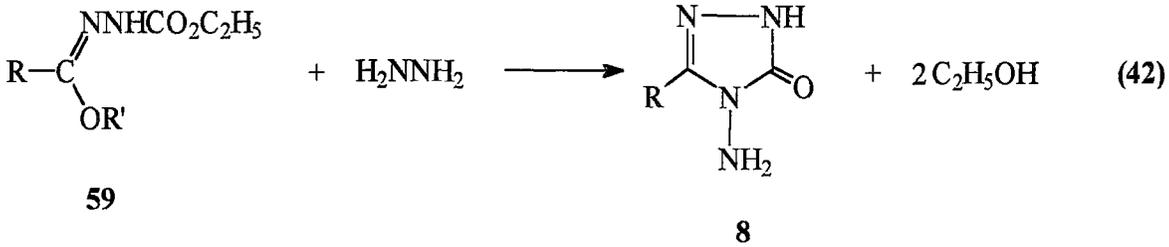
Son yıllarda yapılan benzer iki ayrı çalışmadan birinde 16 tipi alkil imidat hidroklorürlerin hidrazin türevi olarak kullanılan tert-butil karbazat (60) ile reaksiyonundan ester tert-butoksikarbonilhidrazonların (61) (Denklem 39) [34], diğerinde tiyosemikarbazit (62) ile muamelesinden de ester tiyosemikarbazonların (63) oluştuğu bildirilmiştir (Denklem 40) [35].



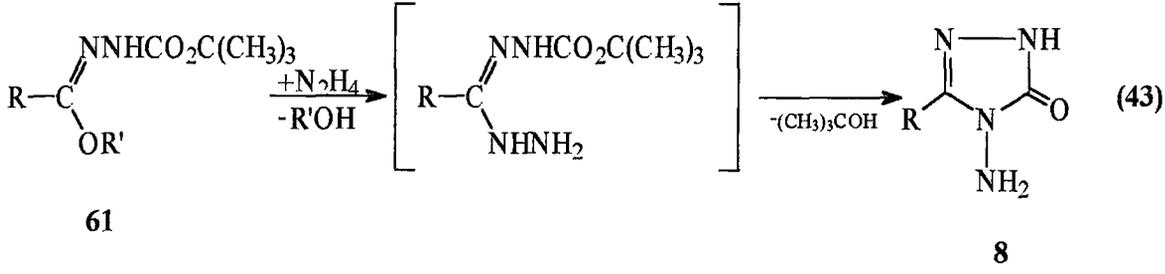
Denklem 38 uyarınca elde edilen ester etoksikarbonilhidrazonların (59) birçok reaksiyonu incelenmiş olup, bu reaksiyonlar genellikle bir primer amin türevi ile gerçekleştirilmiş ve karşın olan 3,4-disubstitue-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (64) türevlerinin oluşumu ile sonuçlanmıştır (Denklem 41) [6,7,28,33,36-42].



Çalışmada reaksiyonları incelenen 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin sentezinin ise 59 tipi bileşiklerin hidrazin ile denklem 41 uyarınca reaksiyonu sonucu başarılı olduğu bazı çalışmalarla ortaya konmuştur (Denklem 42) [28,36,37,6,7].



3-Alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin sentezi için geliştirilen bir diğer genel yöntemde ise 61 tipi tert-butoksikarbonilhidrazonlar hidrazin ile muamele edilmiştir (Denklem 43)[34].



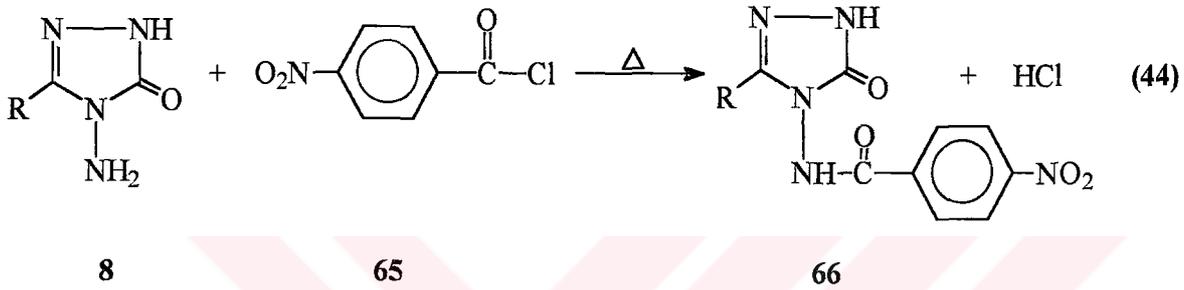
Çalışmanın orjinal bölümünde 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin p-nitrobenzoil klorür (65) ile reaksiyonları incelenmiştir. Bu amaçla, öncelikle, Pinner Yöntemi'nin uygulanması ile [30] Denklem 37 uyarınca, literatürde kayıtlı bileşikler olan etil imidoasetat hidroklorür (56a), etil imidopropionat hidroklorür (56b), etil imidofenilasetat hidroklorür (56c), etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (56d), etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (56e) ve etil imidobenzoat hidroklorür (56f) bileşikleri elde edilmiştir.

Çalışmada bundan sonra 56 tipi bileşiklerin Denklem 38 uyarınca etil karbazat ile düşük sıcaklıkta muamelesinden literatürde kayıtlı bileşikler olan 59 tipi etil asetat etoksi karbonilhidrazon (59a), etilpropionat etoksikarbonilhidrazon (59b), etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59c), etil p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59d), etil p-kloro fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59e) ve etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (59f) bileşiklerinin sentezi gerçekleştirilmiştir.

Çalışmada bunu izleyerek 59 tipi bileşiklerin ayrı ayrı hidrazin hidrat ile Denklem 42 uyarınca muamelesinden literatürde kayıtlı 8 tipi 3-metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8a), 3-etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8b), 3-benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8c), 3-p-metilbenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8d), 3-p-klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8e) ve 3-fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8f) bileşikleri sentez edilmiştir.

Çalışmanın orjinal kısmını oluşturan son bölümünde ise 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin p-nitrobenzoil klorür (65) ile kurukuruya yağ banyosunda ısıtılarak reaksiyonları incelenmiş ve 3-alkil(aril)-4-(p-nitrobenzoil)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66) bileşikleri sentezlenmiştir (Denklem 44). 8a, 8b, 8c, 8d, 8e ve 8f bileşiklerinin ayrı ayrı p-nitrobenzoil klorür (65) ile muamelesinden, sırası ile,

3-metil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67) 3-etil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68) 3-benzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (69) 3-p-metilbenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70) 3-p-klorobenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71) 3-fenil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72) bileşikleri sentezlenmiştir.



## 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler Merck ve Fluka firmalarından sağlanmıştır. Bileşiklerin sentezi veya saflaştırılması aşamalarında kullanılan çözücüler ise yerli yada yurtdışı kaynaklarından temin edilmiştir.

Deneysel çalışmalar K.T.Ü Fatih Eğitim Fakültesi Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanlar Eğitimi Bölümü Kimya Eğitimi Anabilim Dalı Lisansüstü Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada sentezlenen bileşiklerin erime noktaları Electrothermal dijital erime noktası tayin cihazında tayin edilmiştir. Sentezlenen bileşikler yapılarının aydınlatılmasında kullanılan IR spektrumları çalışmanın yürütüldüğü Laboratuvarında KBr tabletleri halinde Shimadzu 408 infrared spektrofotometresinde alınmıştır. <sup>1</sup>H- NMR ve <sup>13</sup>C-NMR spektrumları ise K.T.Ü Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Enstrümental Analiz Laboratuvarında 200 MHz Varian NMR cihazında alınmıştır. Ultraviyole absorpsiyon spektrumları çalışmanın yürütüldüğü laboratuvarında bulunan Shimadzu-1201 UV-VIS spektrofotometresinde %95'lik etanol içinde 10<sup>-4</sup> –10<sup>-5</sup> M çözeltileri halinde 10 mm kuartz hücreleri kullanılarak ve 200-400 nm bölgesinde çalışılarak alınmıştır. Mikroanalizler ise TÜBİTAK Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Merkezi Enstrümental Analiz Laboratuvarında Carlo-Erba 1106 elementel analiz cihazında yaptırılmıştır.

Çalışmada p-nitrobenzoil klorür ile reaksiyonları incelenen 8 tipi bileşiklerin sentezinin gerçekleştirilebilmesi için, öncelikle 56 tipi bileşikler karşın olan nitrillerden Pinner Metodu [30] uyarınca ve literatürde kayıtlı yöntemler kullanılarak elde edilmiştir. Çalışmada sentezi yeniden gerçekleştirilen 56 tipi bileşiklerin erime noktaları, literatürdeki değerlerle karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir:

|   |   |
|---|---|
| Etil imidoasetat hidroklorür (56a)              | : 99°C (boz) (Kaynak [6] da e.n. 98-100° (boz)) |
| Etil imidopropionat hidroklorür (56b)           | : 91°C (boz) (Kaynak [6] da e.n. 92° (boz))     |
| Etil imidofenilasetat hidroklorür (56c)         | : 84°C (boz) (Kaynak [6] da e.n. 85° (boz))     |
| Etil imido-p-metilfenilasetat hidroklorür (56d) | : 180°C (boz)(Kaynak[6] da e.n. 181° (boz))     |
| Etil imido-p-klorofenilasetat hidroklorür (56e) | : 179°C (boz)(Kaynak[6]da e.n. 179° (boz))      |
| Etil imidobenzoat hidroklorür (56f)             | : 99°C (boz)(Kaynak [43] de e.n. 100°(boz))     |

Çalışmanın bundan sonraki bölümünde 56 tipi bileşiklerin ayrı ayrı etil karbazat ile düşük sıcaklıkta literatürdeki yöntemler [32,33,6,43] uygulanarak muamelesinden karşın olan 59 tipi bileşikler sentezlenmiştir. Çalışmada elde edilen 59 tipi bileşiklerin erime noktaları, literatürdeki değerlerle karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir:

|  |  |
|--|--|
| Etil asetat etoksikarbonilhidrazon (59a)               | : e.n. 68 °C (Kaynak [6]da e.n.68°)      |
| Etil propionat etoksikarbonilhidrazon (59b)            | : e.n. 57 °C (Kaynak [6]da e.n. 57-58°)  |
| Etil fenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59c)          | : e.n. 89 °C (Kaynak [6]da e.n. 90°)     |
| Etil p-metilfenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59d):  | e.n. 77 °C (Kaynak [6]da e.n. 77°C)      |
| Etil p-klorofenilasetat etoksikarbonilhidrazon (59e) : | e.n. 78 °C (Kaynak [6]da e.n. 78°C)      |
| Etil benzoat etoksikarbonilhidrazon (59f)              | : e.n. 83 °C (Kaynak [43]de e.n 83-84°C) |

59 Tipi bileşiklerin literatürdeki yöntemleri [36,6,43] uygulanarak hidrazin hidrat ile muamelesinden de çalışma için gerekli olan 8 tipi bileşikler sentezlenmiştir. Sentezlenen 6 tipi bileşiklerin erime noktaları, literatürdeki değerler ile karşılaştırmalı olarak aşağıda verilmiştir.

|   |  |
|---|--|
| 3-Metil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8a)          | : e.n. 226 °C (Kaynak [6] da e.n. 227) |
| 3-Etil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8b)           | : e.n. 167 °C (Kaynak [6] da e.n. 167) |
| 3-Benzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8c)         | : e.n. 166 °C (Kaynak [6] da e.n. 167) |
| 3-p-Metilbenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8d): | e.n.185°C(Kaynak [6] da e.n.185)       |
| 3-p-Klorobenzil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8e): | e.n.180°C(Kaynak [6] da e.n.167)       |
| 3-Fenil-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8f)          | : e.n. 180 °C (Kaynak [6] da e.n. 180) |

**2.1. 3-Metil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (67)**

8a bileşiđi (1,140g, 0,01mol) ile p-nitrobenzoil klorür (1,856g, 0,01mol) yükseltme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 140-150° de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde etanol-su (1:2) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2,210g, %84,03 verim) aynı karışımdan birkaç kez kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 67 bileşiđi olarak tanımlandı.

E.n 260 °C

IR (KBr) : Tablo 2  
(Ek Şekil 1)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 2  
(Ek Şekil 2)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 2  
( Ek şekil 3 )

UV (Etanol %95) λ<sub>max</sub> (ε) : Tablo 2  
(Ek şekil 4)

Elementel Analiz : C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> (263,21) için  
Hesaplanan : C: 45,63, H: 3,43, N:26,61  
Bulunan : C: 45,03, H: 3,29, N:25,28

(Elementel analiz raporu 69. sayfada verilmiştir)

**2.2. 3-Etil-4-(p-nitrobenziolamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (68)**

8b bileşiği (1,280g, 0,01 mol) ile p-nitrobenzoilchlorür (1,856g, 0,01 mol) yükseltgenme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 140-145 °C de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde etanol-su (1:2) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2,326g, %83,75 verim) aynı karışımdan kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 68 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n : 240 °C

IR (KBr) : Tablo 3  
(Ek Şekil 5)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 3  
(Ek Şekil 6)

UV (Etanol %95 )  $\lambda_{max}$  ( $\epsilon$ ) : Tablo 3  
(Ek Şekil 7)

Elemental Analiz : C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> (277,24)  
Hesaplanan : C: 47,66 ,H : 4,00, N :25,26  
Bulunan : C: 48,22 , H :3,99, N : 24,29

( Elemental analiz raporu 70. sayfada verilmiştir)

**2.3. 3-Benzil-4-(p-nitrobenzoilamino)--4,5-dihidro-1H1,2,4-triazol-5-on (69)**

8c bileşiği (1,900g, 0,01 mol) ile p-nitrobenzoilklorür (1,856g, 0,01 mol) yükseltgenme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 145-150 °C de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde etanol-toluen (1:3) den kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2,850g, %84,07 verim) aynı karışımdan kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 69 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n. 257 °C

IR (KBr) : Tablo 4  
(Ek Şekil 8)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 4  
(Ek Şekil 9)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 4  
(Ek Şekil 10)

UV (Etanol % 95)  $\lambda_{max}$  ( $\epsilon$ ) : Tablo 4  
(Ek Şekil 11)

Elemental Analiz : C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> (339,31 ) için  
Hesaplanan : C: 56,64 , H: 3,86 ,N : 20,64  
Bulunan : C: 55,47 , H: 3,86 ,N : 19,38

( Elementel analiz raporu 71. sayfada verilmiştir)

#### 2.4. 3-p-Metilbenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (70)

8d bileşiđi (2,040g, 0,01 mol) ile p-nitrobenzoilklorür (1,856g, 0,01 mol) yükseltgenme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 145-150 °C de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde aseton-su (1:3) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3,10g, %87,82 verim) aynı karışımdan tekrar kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 70 bileşiđi olarak tanımlandı.

E.n. 239 °C

IR (KBr) : Tablo 5  
(Ek şekil 12)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 5  
(Ek Şekil 13)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 5  
(Ek Şekil 14)

UV (Etanol %95) λ<sub>max</sub> (ε) : Tablo 5  
(Ek Şekil 15)

Elementel Analiz : C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> (353,34) için  
Hesaplanan : C: 57,79, H:4,28, N:19,82  
Bulunan : C: 58,31, H:4,08 N:18,67

(Elementel analiz raporu 72. sayfada verilmiştir)

### 2.5. 3-p-Klorobenzil-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (71)

8e bileşiđi (2,245g, 0,01 mol) ile p-nitrobenzoilchlorür (1,856g, 0,01 mol) yükseltgenme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 145-150 °C de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde etanol-su (1:2) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (3,27g, %87,48 verim) aynı karışımdan tekrar kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 71 bileşiđi olarak tanımlandı.

E.n. 247 °C

IR (KBr) : Tablo 6  
(Ek Şekil 16)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 6  
(Ek Şekil 17)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO d<sub>6</sub>) : Tablo 6  
(Ek Şekil 18)

UV (Etanol % 95) λ<sub>max</sub>(ε) : Tablo 6  
(Ek Şekil 19)

Elementel Analiz : C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>  
Hesaplanan : C: 51,42, H:3,24 ,N:18,74  
Bulunan : C: 52,20, H:3,18 , N:18,36

(Elementel analiz raporu 73. sayfada verilmiştir)

**2.6. 3-Fenil -4-(p-nitrobenzoilamino))-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (72)**

8f bileşiği (1,760g, 0,01 mol) ile p-nitrobenzoilchlorür (1,856g, 0,01 mol) yükseltgenme borusu içeren 50 ml. lik bir balon içinde havanın neminden korunarak 150-155 °C de 1,5 saat ısıtıldı. Oluşan katı madde etanol-su (1:2) dan kristallendirildi. Ele geçen kristaller (2,670 g, %82,15 verim) aynı karışımdan tekrar kristallendirilerek saflaştırıldı ve vakumda kurutulduktan sonra 72 bileşiği olarak tanımlandı.

E.n. 148°

IR (KBr) : Tablo 7  
(Ek Şekil 20)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 7  
(Ek Şekil 21)

<sup>13</sup>C-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) : Tablo 7  
(Ek Şekil 22)

UV (Etanol % 95 )  $\lambda_{max}$  ( $\epsilon$ ) : Tablo 7  
(Ek Şekil 23)

Elementel Analiz : C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> 325,28) için  
Hesaplanan : C: 55,39, H:3,41, N:21,53  
Bulunan : C: 54,22, H:3,52, N:19,30

Elementel Analiz Raporu 74. sayfada verilmiştir.

### 3. BULGULAR ve TARTIŞMA

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin yapı aydınlatma çalışmalarında elementel analiz ile IR, NMR ve UV spektrumları kullanılmış olup elde edilen bulgular bileşiklerin yapılarının aydınlatılmasında yeterli bulunmuştur.

Çalışmada elde edilen yeni bileşiklerin IR spektrumları KBr tabletleri halinde , NMR spektrumları ise DMSO -d<sub>6</sub>' da alınmıştır. NMR spektrumlarında  $\delta$  2,40 civarında DMSO-d<sub>6</sub>' dan gelen karakteristik pikler gözlenmiştir. Ayrıca, NMR spektrumlarında  $\delta$  3,40 civarında DMSO-d<sub>6</sub>' nın içerdiği sudan ileri gelen pikler mevcuttur. Yeni maddelerin UV spektrumları %95' lik etanol içinde alınmış ve gözlenen  $\lambda_{max}$  değerleri belirlenerek karşın olan  $\epsilon_{max}$  değerleri hesaplanmıştır.

Çalışmada setezlenen yeni bileşiklere IR, NMR ve UV spektrum verileri aşağıda verilmiştir (Tablo 2-7).

Tablo 2. 67 Bileşğine ait IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri.

|  |   |
|--|---|
| IR (KBr)<br>(EK şekil 1)                                   | : 3395 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1745, 1687 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>820 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>   |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 2)  | : δ 2.48 (s, 3H, CH <sub>3</sub> )<br>δ 8.54 (d, 2H, aromatik H, J=8,55 Hz)<br>δ 8.72 (d, 2H, aromatik H, J=8,24 Hz)<br>δ 12.18 (s, 2H, 2NH)  |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 2)  | : δ 2.48 (s, 3H, CH <sub>3</sub> )<br>δ 8.54 (d, 2H, aromatik H)<br>δ 8.72 (d, 2H, aromatik H)<br>δ 12.18 (s, 2H, 2NH)  |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 3) | : δ 10.79 (Alifatik CH <sub>3</sub> )<br>δ 124.24 (Aromatik 2C)<br>δ 129.70 (Aromatik 2C)<br>δ 136.69 (Aromatik C)<br>δ 145.45 (Aromatik C)<br>δ 150.20 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 153.45 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 164.97 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil 4)      | : λ <sub>1</sub> = 254 (10.021) nm<br>λ <sub>2</sub> = 214 (7 923) nm   |

Tablo 3. 68 Bileşine ait IR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri

|   |   |
|---|---|
| IR (KBr)<br>(EK şekil 5)                                  | : 3300, 3100 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1720, 1685 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>800 (1,4-substitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>   |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil6) | : δ 10.07 (Alifatik CH <sub>3</sub> )<br>δ 18.22 (Alifatik CH <sub>2</sub> )<br>δ 124.15 (Aromatik 2C)<br>δ 129.64 (Aromatik 2C)<br>δ 136.85 (AromatikC)<br>δ 149.60 (Aromatik C)<br>δ 150.30 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 153.80 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 165.10 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil7)      | : λ <sub>1</sub> = 251 (10.554) nm<br>λ <sub>2</sub> = 213 (8 594) nm   |

Tablo 4. 69 Bileşiğine ait IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri.

|   |  |
|---|--|
| IR (KBr)<br>(EK Şekil 8)                                    | : 3275, 3150 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1730, 1680 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>810 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup><br>770, 710 (monosubstitue aromatik halka)cm <sup>-1</sup>   |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 9)   | : δ 3.89 (s, 2H, CH <sub>2</sub> )<br>δ 7.29 (s, 5H, aromatik H)<br>δ 8.14 (d, 2H, aromatik H, J=7,94 Hz)<br>δ 8.40 (d, 2H, aromatik H, J=7,94 Hz)<br>δ 11.80 (s, 1H, NH)<br>δ 12.01 (s, 1H, NH)   |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 10) | : δ 31.40 (Alifatik CH <sub>2</sub> )<br>δ 124.06 (Aromatik 2C)<br>δ 127.17 (Aromatik C)<br>δ 128.77 (Aromatik 2C)<br>δ 129.08 (Aromatik 2C)<br>δ 129.59 (Aromatik2C)<br>δ 135.03 (Aromatik C)<br>δ 136.69 (Aromatik C)<br>δ 147.19 (Aromatik C)<br>δ 150.05 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 153.10 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 164.73 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil 11)      | : λ <sub>1</sub> = 258 (11.009) nm<br>λ <sub>2</sub> = 214 (11.009) nm   |

Tablo 5. 70 Bileşiğine ait IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri.

|   |  |
|---|--|
| IR (KBr)<br>(Ek Şekil 12)                                   | : 3300, 3150 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1730, 1680 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>815 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>  |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 13)  | : δ 2.27 (s, 3H, CH <sub>3</sub> )<br>δ 3.80 (s, 2H, CH <sub>2</sub> )<br>δ 7.13 (s, 4H, aromatik H)<br>δ 8.14 (s, 2H, aromatik H)<br>δ 8.41 (s, 2H, aromatik H)<br>δ 11.74 (s, 1H, NH)<br>δ 11.94 (s, 1H, NH)   |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 14) | : δ 20.39 (Alifatik CH <sub>3</sub> )<br>δ 30.40 (Alifatik CH <sub>2</sub> )<br>δ 123.64 (Aromatik 2C)<br>δ 128.46 (Aromatik 2C)<br>δ 128.84 (Aromatik 2C)<br>δ 129.10 (Aromatik 2C)<br>δ 131.60 (Aromatik C)<br>δ 135.90 (Aromatik C)<br>δ 136.20 (Aromatik C)<br>δ 146.85 (Aromatik C)<br>δ 149.70 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 152.75 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 164.30 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil 15)      | : λ <sub>1</sub> = 258 (13 858) nm<br>λ <sub>2</sub> = 214 (13 859) nm   |

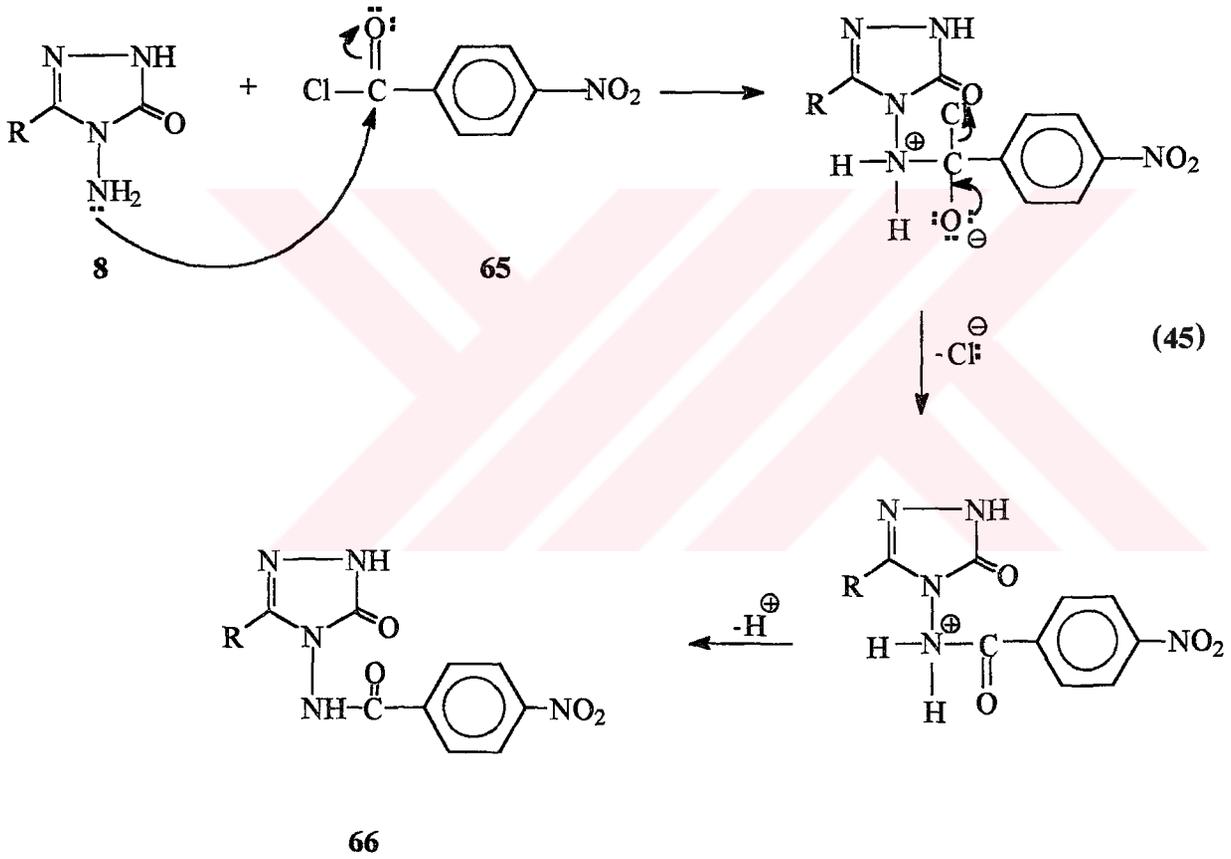
Tablo 6. 71 Bileşiğine ait IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri.

|   |  |
|---|--|
| IR (KBr)<br>(Ek Şekil 16)                                   | : 3275, 3150 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1725, 1680 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>820 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>  |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 17)  | : δ 4.07 (s, 2H, CH <sub>2</sub> )<br>δ 7.45-7.54 (m, 4H, aromatik H)<br>δ 8.31 (d, 2H, aromatik H, J=8,55 Hz)<br>δ 8.58 (d, 2H, aromatik H, J=8,24 Hz)<br>δ 11.94 (s, 1H, NH)<br>δ 12.19 (s, 1H, NH)  |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 18) | : δ 30.60 (Alifatik C)<br>δ 124.12 (Aromatik 2C)<br>δ 128.73 (Aromatik 2C)<br>δ 129.64 (Aromatik 2C)<br>δ 131.01 (Aromatik 2C)<br>δ 132.10 (Aromatik2C)<br>δ 134.20 (Aromatik C)<br>δ 136.60 (Aromatik C)<br>δ 146.80 (Aromatik C)<br>δ 150.20 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 153.10 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 164.80 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil 19)      | : λ <sub>1</sub> = 252 (11 590) nm<br>λ <sub>2</sub> = 213 (9 380) nm  |

Tablo 7. 72 Bileşiğine ait IR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR ve UV verileri.

|   |  |
|---|--|
| IR (KBr)<br>(Ek Şekil 20)                                   | : 3275, 3225 (NH) cm <sup>-1</sup><br>1745, 1695 (C=O) cm <sup>-1</sup><br>1610 (C=N) cm <sup>-1</sup><br>820 (1,4-disubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup><br>775, 700 (monosubstitue aromatik halka) cm <sup>-1</sup>  |
| <sup>1</sup> H-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 21)  | : δ 7.53-7.62 (m, 3H, aromatik H)<br>δ 7.80-7.88 (m, 2H, aromatik H)<br>δ 8.21 (d, 2H, aromatik H, J=7,33 Hz)<br>δ 8.44 (d, 2H, aromatik H, J=7,94 Hz)<br>δ 12.19 (s, 1H, NH)<br>δ 12.48 (s, 1H, NH)   |
| <sup>13</sup> C-NMR (DMSO-d <sub>6</sub> )<br>(Ek Şekil 22) | : δ 124.30 (Aromatik 2C)<br>δ 126.91 (Aromatik 2C)<br>δ 129.24 (Aromatik 2C)<br>δ 129.46 (Aromatik 2C)<br>δ 131.10 (Aromatik C)<br>δ 131.90 (Aromatik C)<br>δ 136.40 (Aromatik C)<br>δ 146.10 (Aromatik C)<br>δ 150.25 (Triazol-C <sub>3</sub> )<br>δ 153.40 (Triazol-C <sub>5</sub> )<br>δ 164.80 (C=O) |
| UV (Etanol % 95) λ <sub>max</sub> (ε)<br>(Ek Şekil 23)      | : λ <sub>1</sub> = 263 (17 500) nm<br>λ <sub>2</sub> = 222 (8 160) nm  |

Çalışmada 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin p-nitrobenzoil klorür ile reaksiyonları incelenerek karşın olan 3-alkil (aril)-4-(p-nitrobenzoilamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (66) bileşikleri elde edilmiştir. Bir nükleofil açıl sübstitusyon niteliğinde olan reaksiyonun muhtemel mekanizması aşağıda verilmiştir (Denklem 45).



#### 4. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

R-NH<sub>2</sub> tipi aminlerin çeşitli açıl halojenürler ile açillendirme reaksiyonları literatürde sıklıkla incelenen reaksiyonlar arasında olup, genellikle piridin gibi bir baz içerisinde reaksiyonun gerçekleştiği bilinmektedir [ 1-5, 8 ]. Bu çalışmada ise, bir N-NH<sub>2</sub> bileşikler olan 3-alkil(aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on (8) bileşiklerinin p-nitrobenzoil klorür ile reaksiyonu çözücüsüz ortamda kuru kuruya ısıtılarak gerçekleştirilmiş ve oldukça yüksek verimlerle açillendirme başarılmıştır.

Çalışmada sentezlenen yeni bileşiklerin literatürde katkı sağlamaları yanında biyolojik aktivite göstermeleri beklenmekte olup, bu incelemelerin yapılması önerilmektedir. Çalışmanın devamı niteliğinde bu incelemelerde planlanmaktadır.

## KAYNAKLAR

1. İkizler, A. A., Organik Kimya Giriş, Dördüncü Baskı, K.T.Ü. Basımevi, Trabzon, 1996.
2. Finar, I.L., Organik Chemistry, Volume 1, Sixty Edition, Lougman, England, 1994.
3. Fessenden, R.J., Fessenden, J.S., Organik Chemistry, Third Edition, Brooks, Cole Publishing Company, California, 1986.
4. Ternary, A. L. Contenporary Organic Chemistry, Second Edition, W. B. Saunders Company, Philadelphia, 1979.
5. İkizler, A., Heterohalkalı Bileşikler, İkinci Baskı, KTÜ Basımevi, Trabzon, 1996.
6. Yüksek, H., 3-Alkil(Aril)-4-amino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on' ların Bazı Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.
7. İkizler, A. A., Yüksek, H., Acetylation of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4- triazol-5-ones, Org. Srep. Proced. Int., 25 (1993) 99 –104.
8. Doğan, N., Bazı Dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, KTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1995.
9. Yüksek, H., İkizler, A. A., Synthesis of 4-Succinimido-4,5-Dihydro 1H-1,2,4-Triazol-5-ones, Tr. J. of Chemistry, 18 (1994) 57-61.
10. İkizler, A. A., Yüksek, H., A Study On 4,5- Dihydro 1H-1,2,4- triazol-5-ones, Rev. Roum. Chem., 41 (1996) 585-590.
11. Bahçeci, Ş., Bazı Biheteroaril Bileşiklerin Sentezi ve İncelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1994.
12. İkizler, A., Bahçeci, Ş., İkizler, A. A., Synthesis of New 4,5-Dihydro 1H-1,2,4-triazol-5-ones, Indian J. Chem. Sect. B., 35 (1996) 137-140.
13. İkizler, A. A., Bahçeci, Ş., İkizler, A.A., Synthesis of Some New N,N<sup>1</sup>- Linket Biheteroaryls, Polish J. Chem., 69 (1995) 1497-1502.
14. İkizler, A. A., Yüksek, H., Synthesis of Some N,N<sup>1</sup>-Linked Biheteroailys, Doğa Tr. J. of Chem., 17 (1993) 150-153.
15. İkizler, A. A, Yüksek, H., Reaction of 4-Amino-4,5-dihydro-1H-1,2,4- triazol-5-ones, With 2,5-Dimethoxytetrahydrofuran, Collect. Czech. Chem. Comman., 59 (1994) 731-735.
16. İkizler, A. A., İkizler, A., Yıldırım N., Synthesis of Some Benzylidenamino Compounds, Monatsh. Chem., 122 (1991) 557-563.
17. İkizler, A. A., Yıldırım, N., Yüksek, H., Synthesis of Some Arylrdenamino Compounds, Modelling, Maesurement & Control C., 54 (1996) 21-30.
18. Aydin, A., Bazı 3-Alkil(Aril)-4-arilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Yüksek Lisans Tezi, K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1992.

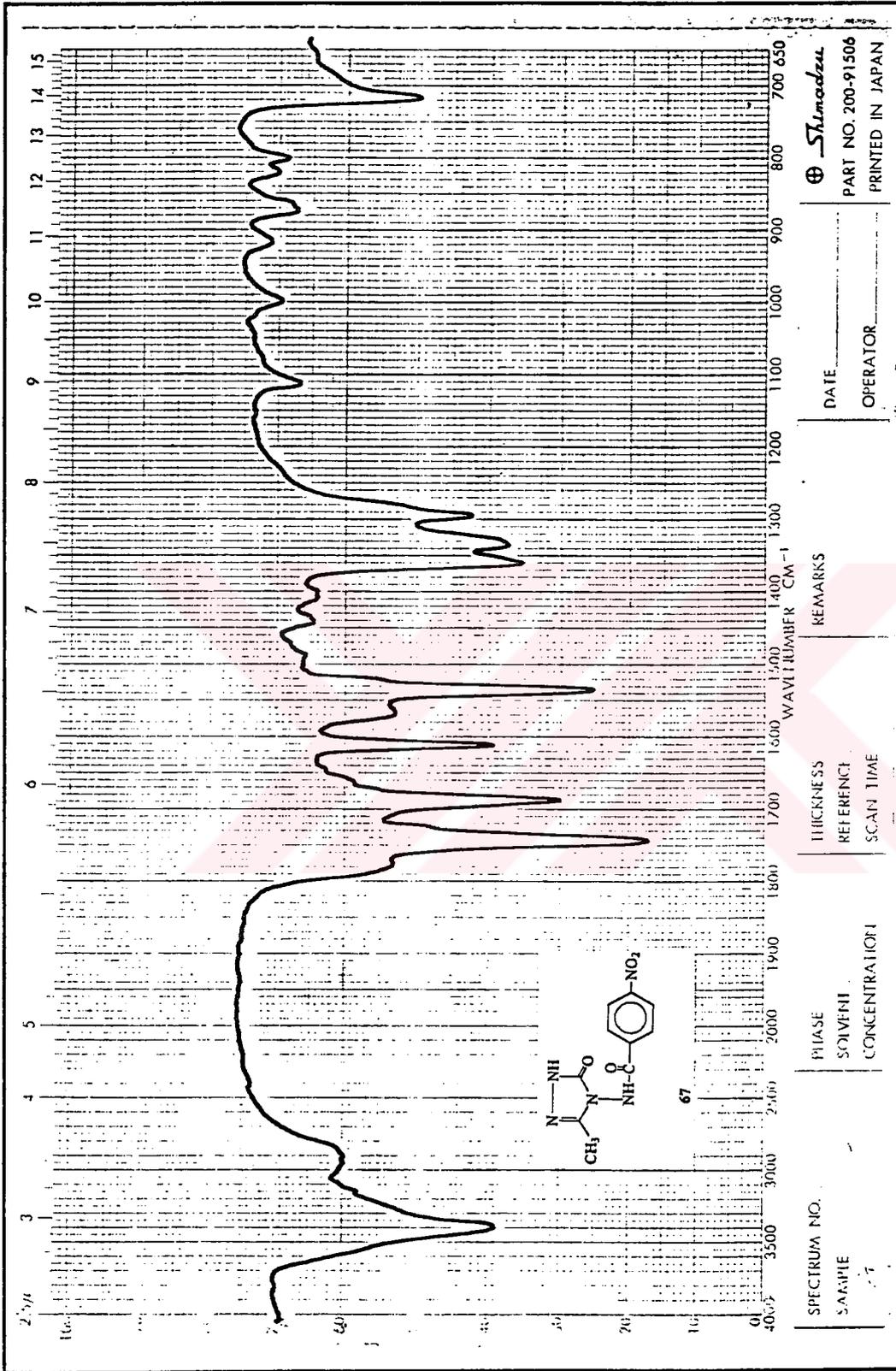
19. İkizler, A. A., Uçar F., Yüksek, H., Aytin, A., Yaşa S., Gezer, T., Synthesis and Antifungal Activity of Some New Arylidenamine Compounds , Acta Polon Pharm – Orug Rer., 54 (1997) 135-140,
20. Ermiş, B., Bazı Amino Triazollerden Arilidenamino Türevlerinin Sentezi , Yüksek Lisans Tezi , K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon , 1996.
21. Yüksek, H., Ermiş, B., Özmen, H., Bahçeci, Ş., İkizler, A. A., Bazı Yeni Potansiyel Biyolojik Aktif Schiff Bazlarının Sentezi, Kimya 98, XII. Ulusal Kimya Kongresi , Eylül 1998, Edirne, Bildiri Özetler Kitabı , 422.
22. Bekar, M., Bazı 4-Arilidenamino-4,5- dihidro-1,2,4-triazol-5-on'ların Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi , K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon , 1996.
23. Yüksek, H., Bekar, M., Aksoy, M., Bahçeci, Ş., İkizler, A. A., Bazı 4-(2-Funlidenamino)-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Bileşiklerinin Sentezi, Kimya 98, XII. Ulusal Kimya Kongresi, Eylül 1998, Edirne, Bildiri Özetler Kitabı, 424.
24. Özmen, H., Bazı Yeni Potansiyel Biyolojik Aktif Schiff Bazlarının Sentezi, Yüksek Lisans Tezi , K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon , 1998.
25. Yüksek, H., Özmen, H., İkizler, A. A., Bazı 3-Alkil-4-Benzilidenamino-4,5-dihidro-1H-1,2,4-triazol-5-on Türevlerinin Sentezi, Kimya 97, XI. Ulusal Kimya Kongresi, Haziran 1997, Van, Kongre Özetleri Kitabı, 571.
26. Stolle, R., Über, Führung von Hydrozinabkömmligen, j. Prakt. Chem. [2], 75 (1907) 416-432.
27. Kröger, C. F., Hummel, L., Mutscher, M., Beyer, H., Synthesen und Reaktionen von 4-Amino-1,2,4 triazolonen-(5), Chem Ber., 98 (1965), 3025-3033.
28. Milcent, R., Redevilh, C., Synthese d<sup>1</sup> amino-4 aryl-3 triazol- 1,2,4-ones-5, J.Heterocycl. Chem., 16 (1979) 403-407.
29. İkizler, A. A., 1,2,4 triazolin -5-on'lar ve Hidroksamik And Türevleri Üzerine Bir Çalışma, Doğa Tr. Kimya D. C., 10 (1986) 34-38.
30. Pinner, A., Die Imidoöther und Ihre Drivate, 1. Auflage, Oppenheim, Berlin, 1892.
31. Roger, R., Neilson, D. G., The Chemirtry of Imidates, Chem. Rev., 61 (1961) 179- 211.
32. Pesson, M., Dupin, S., Antoine, M., Emploi de L<sup>1</sup>hydrazinocarbona d'ethyle pour la Synthèse des Hydroxy-3 triazoles-1,2,4, Ball. Soc. Chim. France. (1962) 1364-1371.
33. Ün, R., İkizler, A., Preparations of Aliphatic Amide Carbethoxyhydrazones Aliphatic Amide Carbonylhdrazones, Aliphatic Ester Carbethoxyhydrazon And the Corresponding 3- Alkyl-and 3,4- Dialkyl- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin- 5-ones, Chim. Acta Ture., 3 (1975) 113-132.
34. İkizler, A. A., İkizler, A., Yüksek, H. Bahçeci, Ş., Sancak, K., Synthesis of Some tert-Buthoxyhydrazones and Related 4,5-Dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Tr. J. of Chemistry, 18 (1994) 51-56.
34. Ayça, E., İkizler, A. A., Arslan, R., Preparations and Some Reactions of Aromatic Ester Thiosemicarbazones, Chim. Acta Turc. 12 (1984) 305-314.

35. İkizler, A. A., 3-Substitue-4-Amino- $\Delta^2$ -1,2,4 triazolin-5-on' ların Ester Karbetoksihidrazonlardan Elde Edilmeleri ve Reaksiyonlarının İncelenmesi, Doçentlik Tezi, İstanbul Üniversitesi, Kimya Fakültesi, İstanbul, 1975.
36. İkizler, A. A., Ün, R., Reactions of Ester Ethoxycarbonylhydrazones With Some Amine Type Compounds, Chim. Acta Turc., 7 (1979) 269-290.
38. Ayça, E., İkizler, A. A., Serdar, M., Preparation of 3-Alkyl(Aryl)-4-aryl- $\Delta^2$ -1,2,4-triazolin-5-ones Chim acta Turc., 9 (1981) 99 108.
39. İkizler, A. A., Serdar, M., Uzunismail, N., Bazı 1,2,4- Triazolin-5-on-Türevlerinin Elde Edilmesi, Doğa TU Kim. D.C. , 12 (1988) 271-275.
40. İkizler, A. A., Sancak, K., Synthesis of 4-Hidroxy-4,5-dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Monatsh. Chem., 123 (1992) 257-263.
41. İkizler, A. A., Yüksek, H., Synthesis of 3-Alkyl-4-(2-Hydroxyethyl)-and 3-Alkyl-4-(2-Chloroethyl)-4,5dihydro-1H-1,2,4-triazol-5-ones, Doğa Tr. J. Of Chemistry, 16 (1992) 284-288.
42. İkizler, A. A., İkizler, A., Yüksek, H.,  $^1\text{H-NMR}$  of some 4,5- Dihydro-1,2,4-triazol-5-ones, Magn. Reson. Chem., 31 (1993) 1088-1094

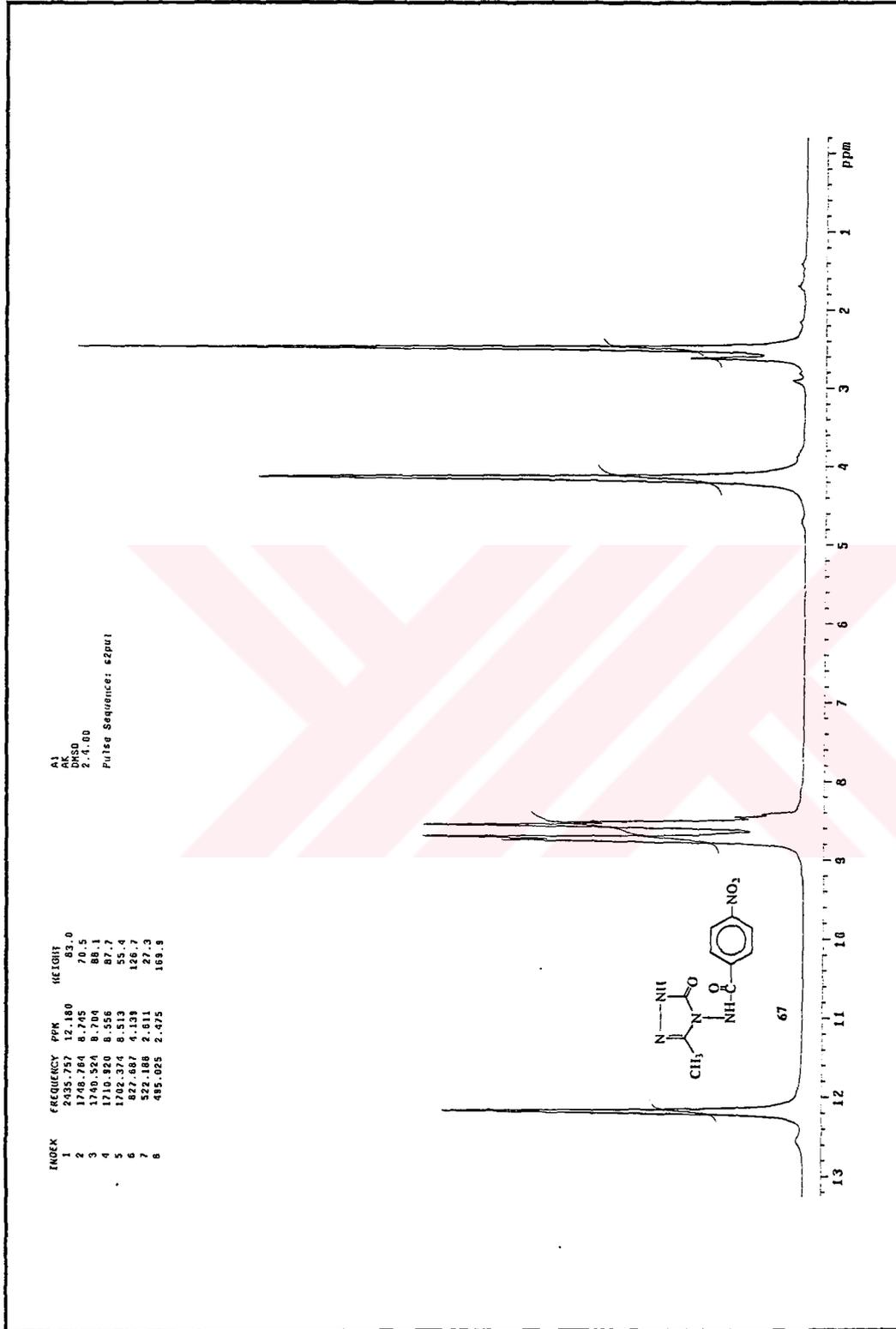


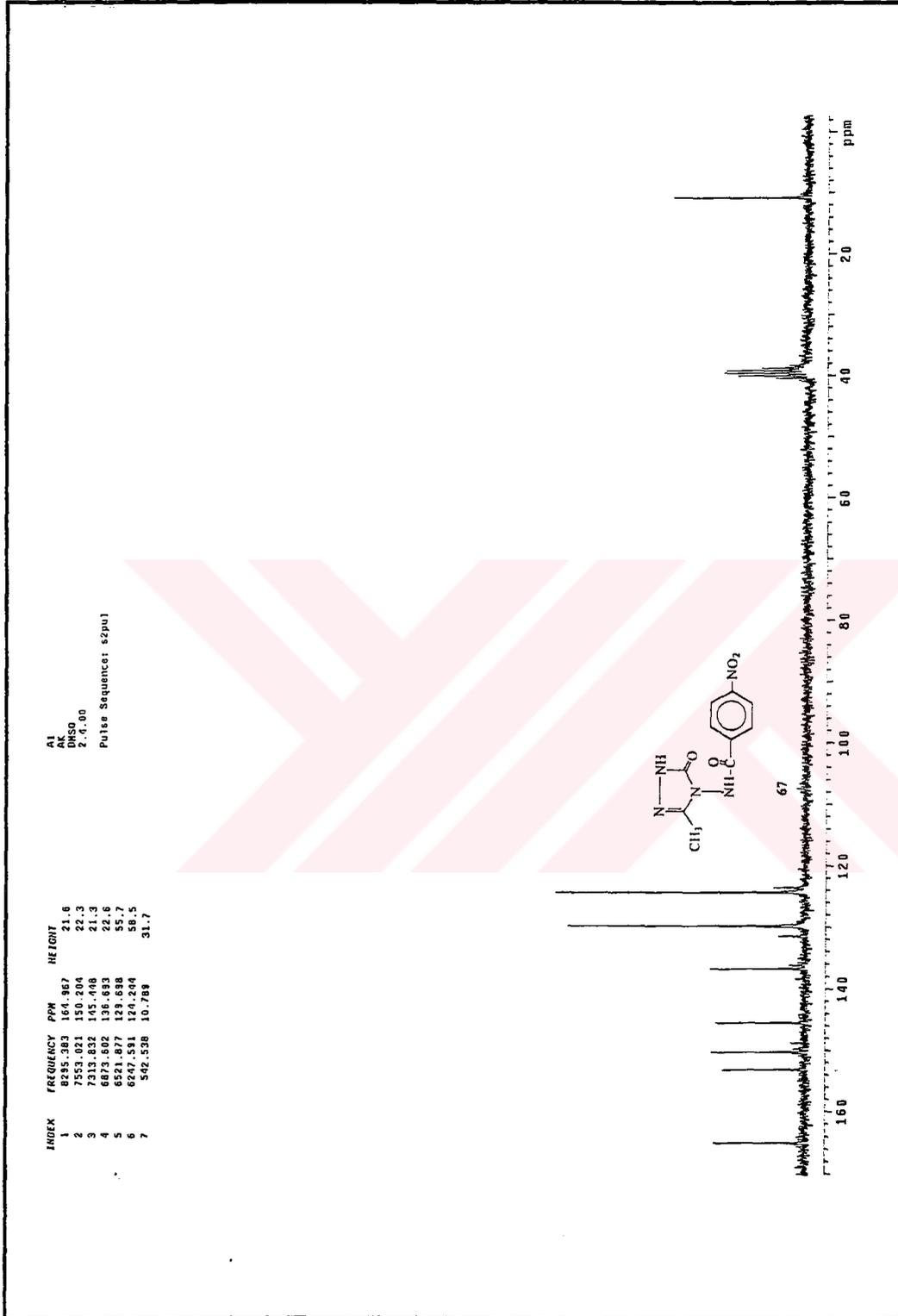


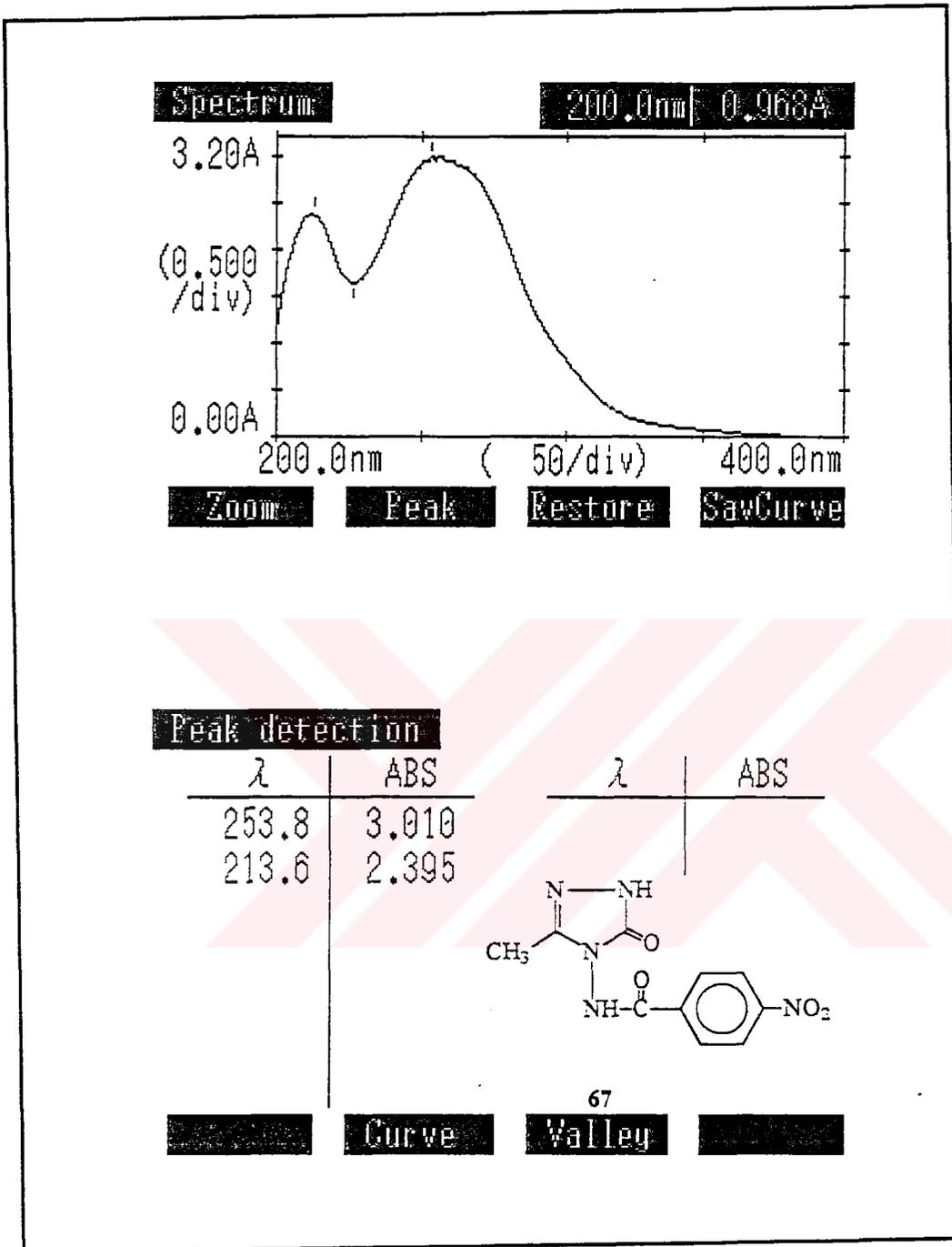
## 7. EKLER



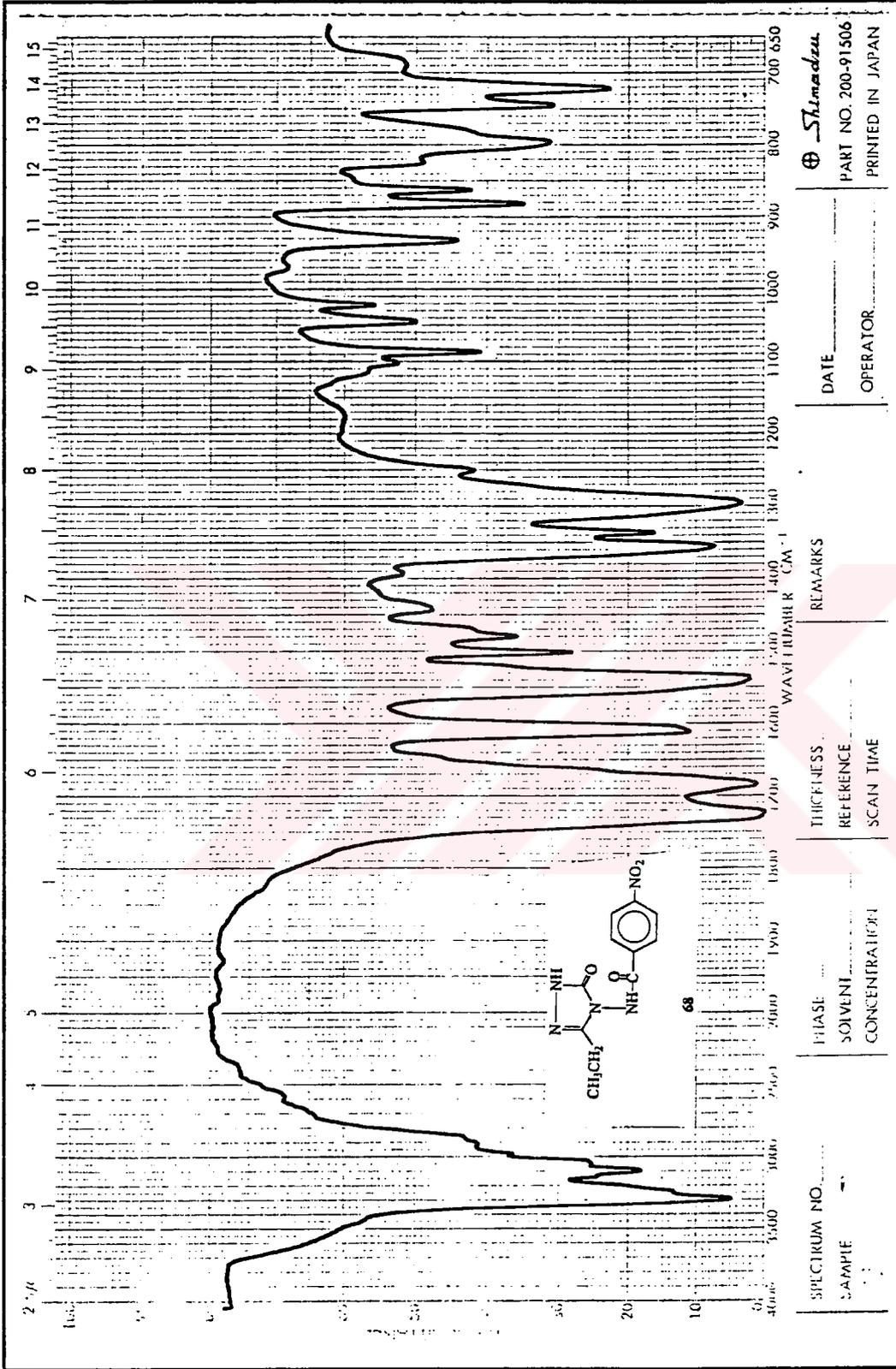
Ek Şekil 1. 67 Bileşiminin IR Spektrumu


 Ek Şekil 2. 67 Bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR Spektrumu

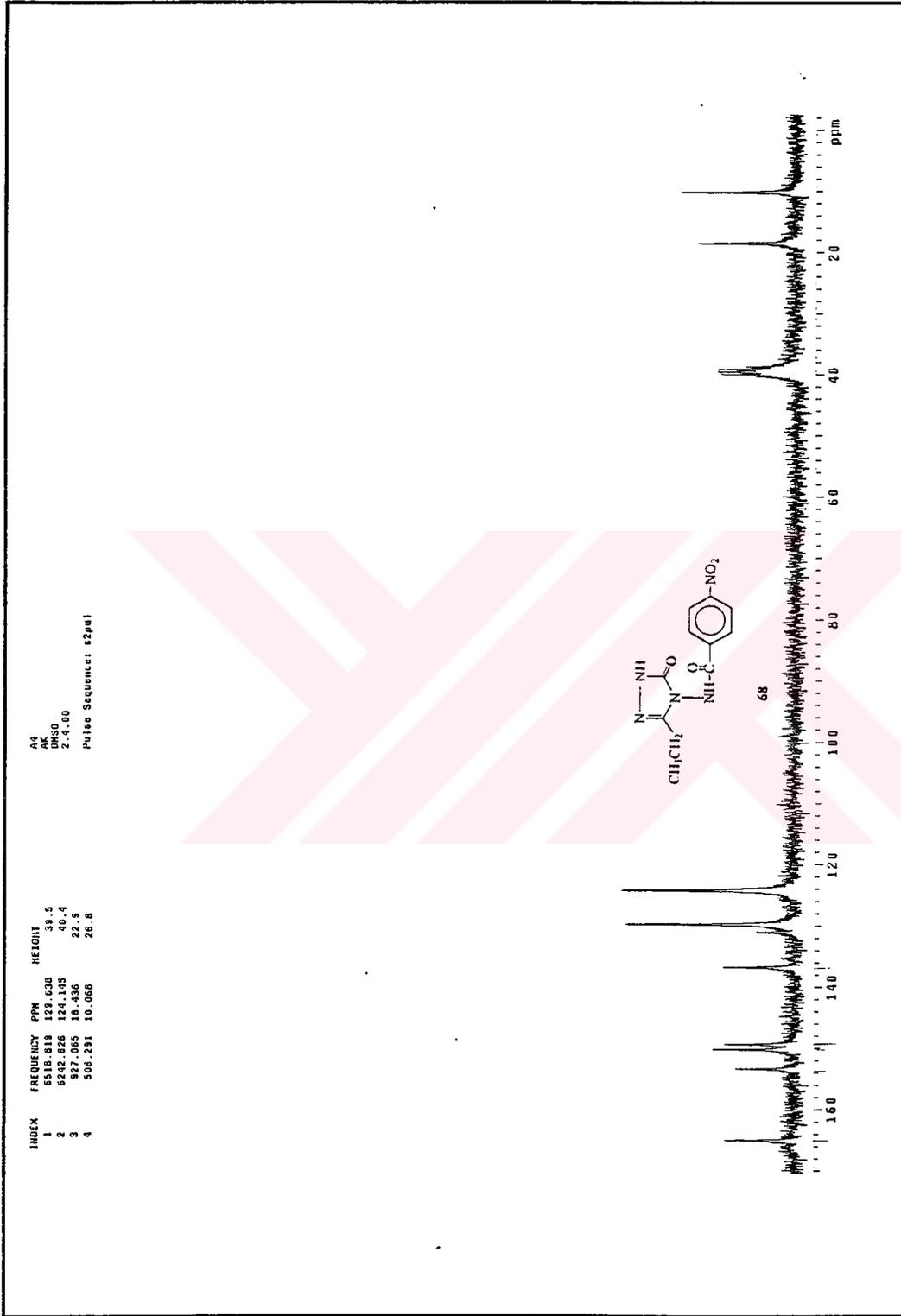

 Ek Şekil 3. 67 Bileşiğinin  $^{13}\text{C}$ -NMR Spektrumu

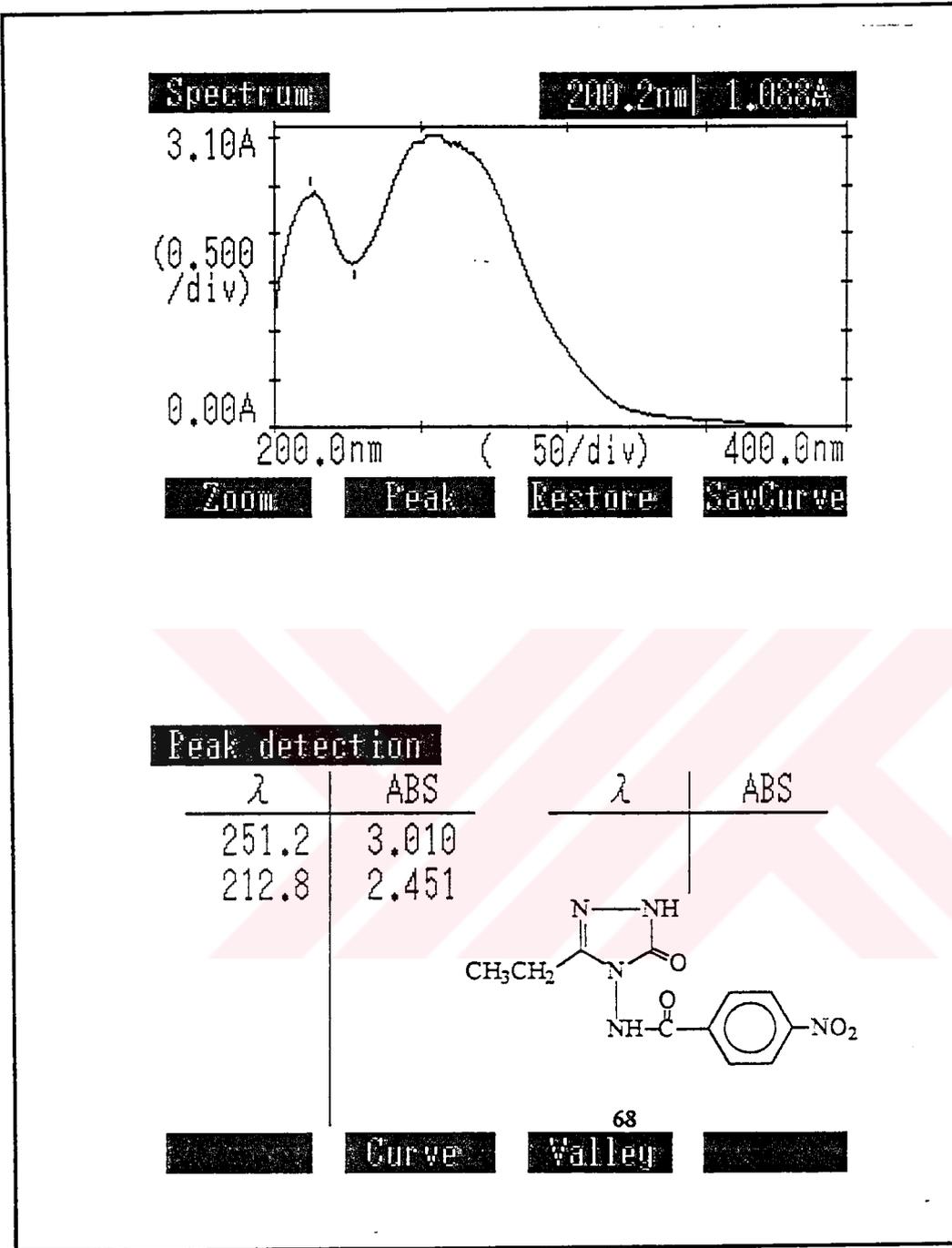


Ek Şekil 4. 67 Bileşiğinin UV Spektrumu

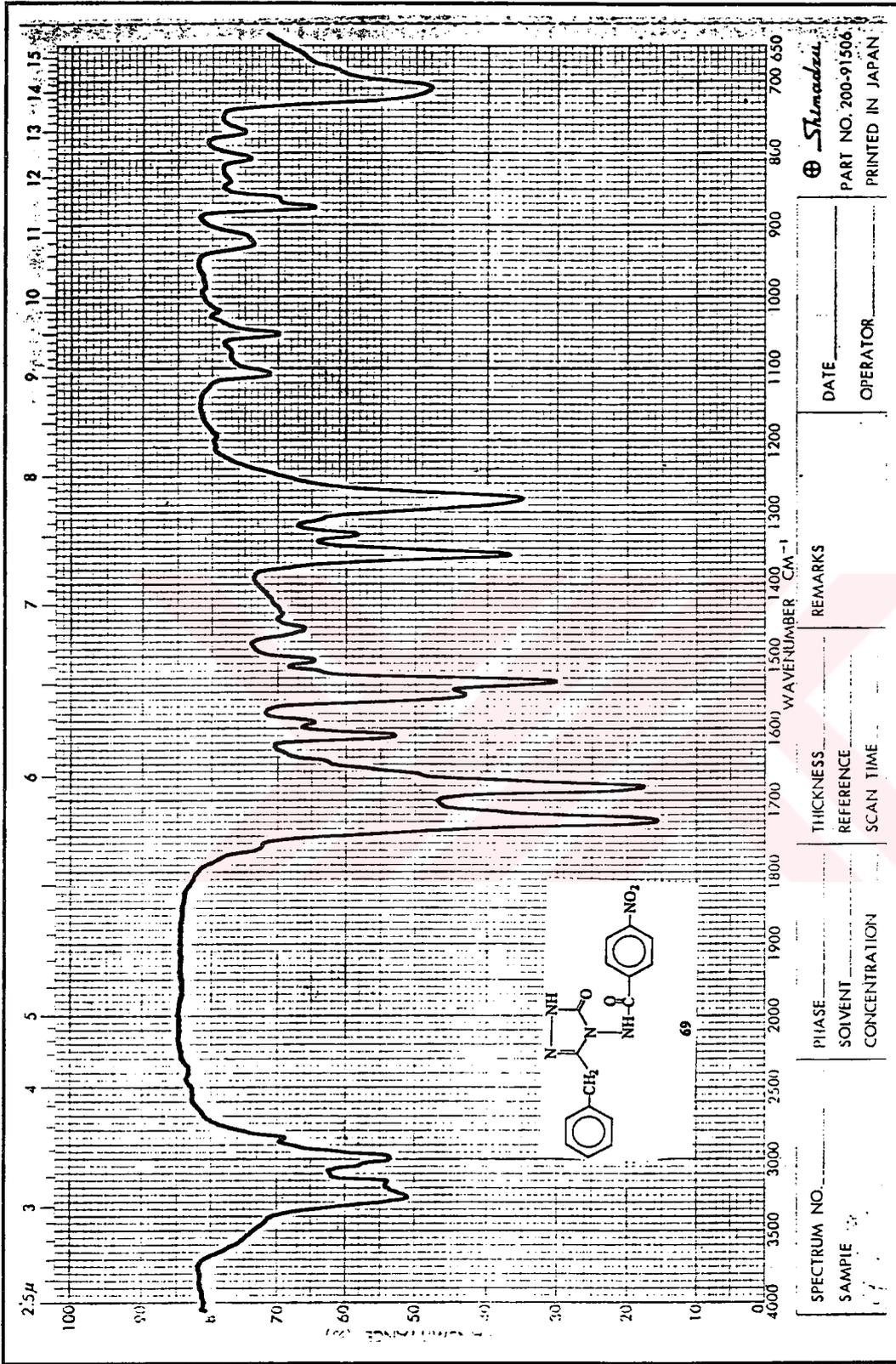


Ek Şekil 5. 68 Bileşiğinin IR Spektrumu

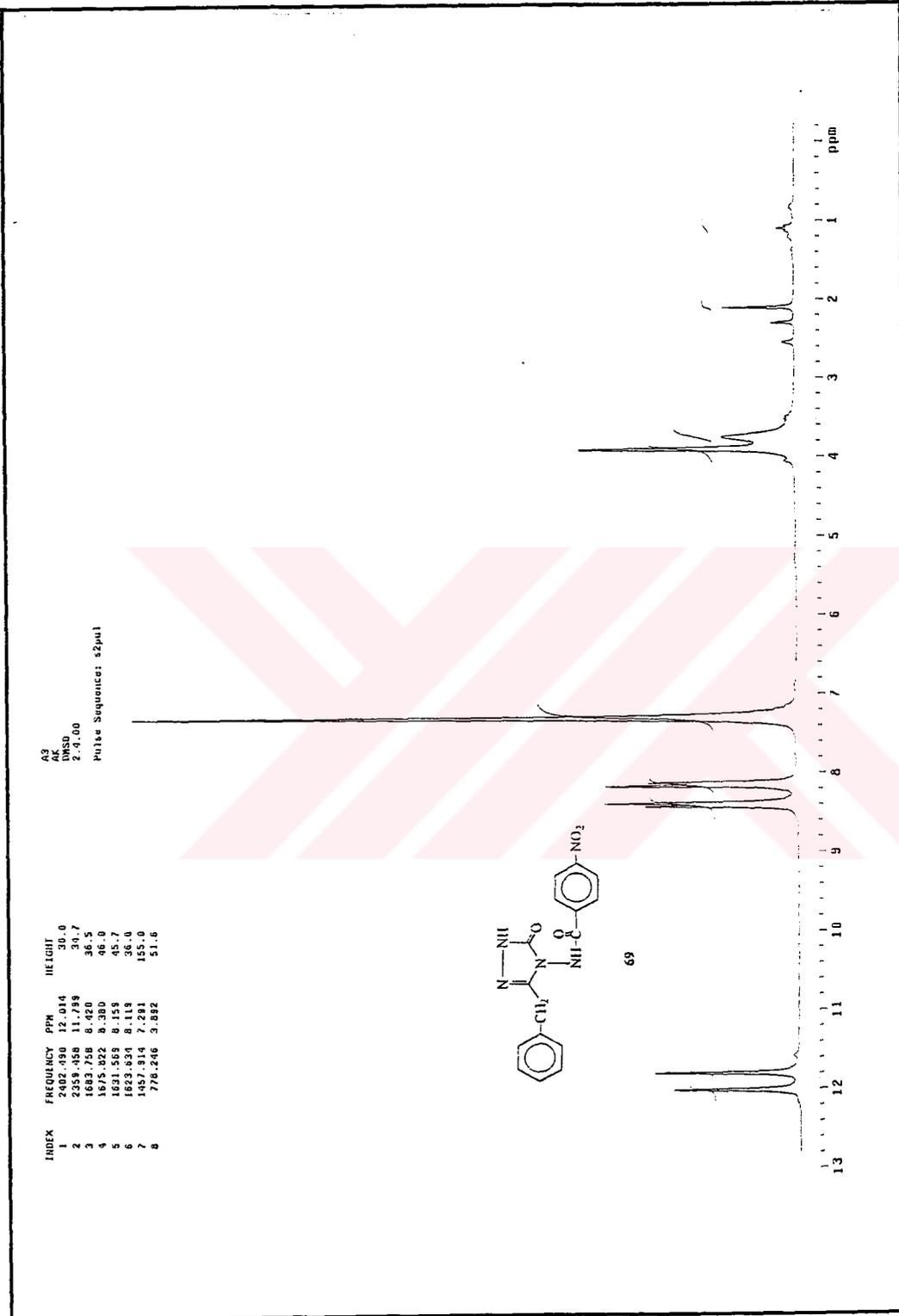
Ek Şekil 6. 68 Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spektrumu

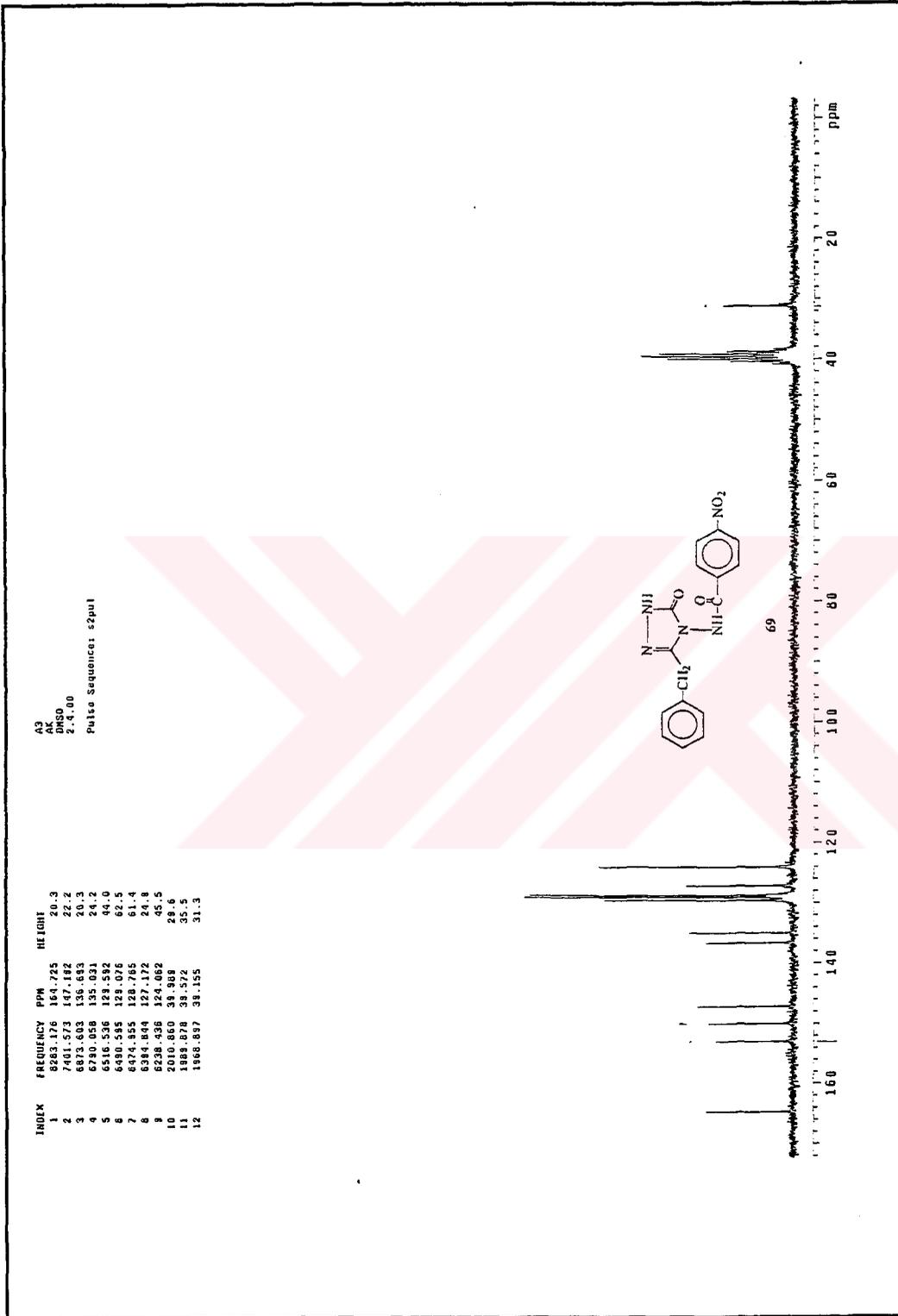


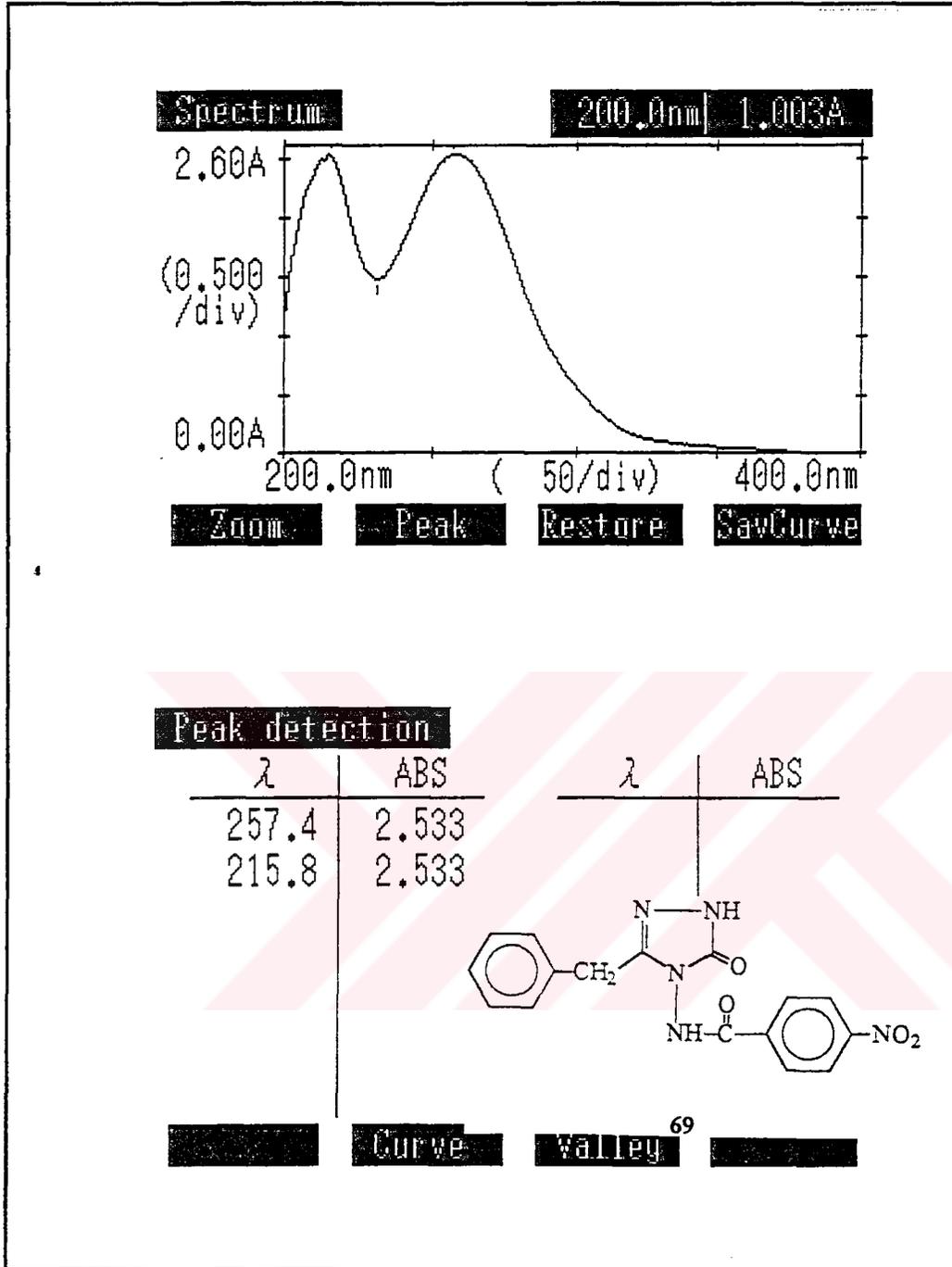
Ek Şekil 7. 68 Bileşiminin UV Spektrumu



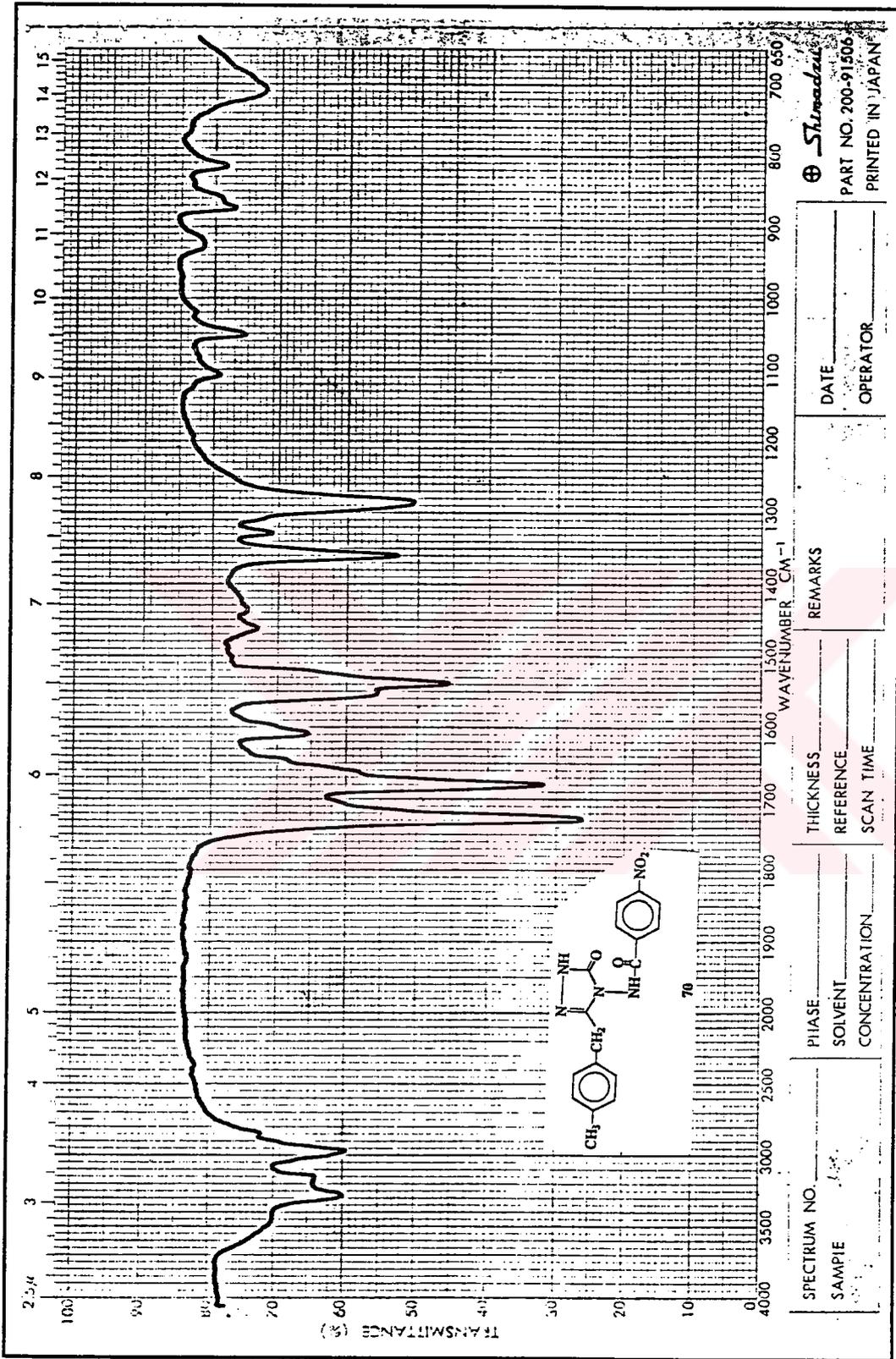
Ek Şekil 8. 69 Bileşiğinin IR Spektrumu


 Ek Şekil 9. 69 Bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR Spektrumu

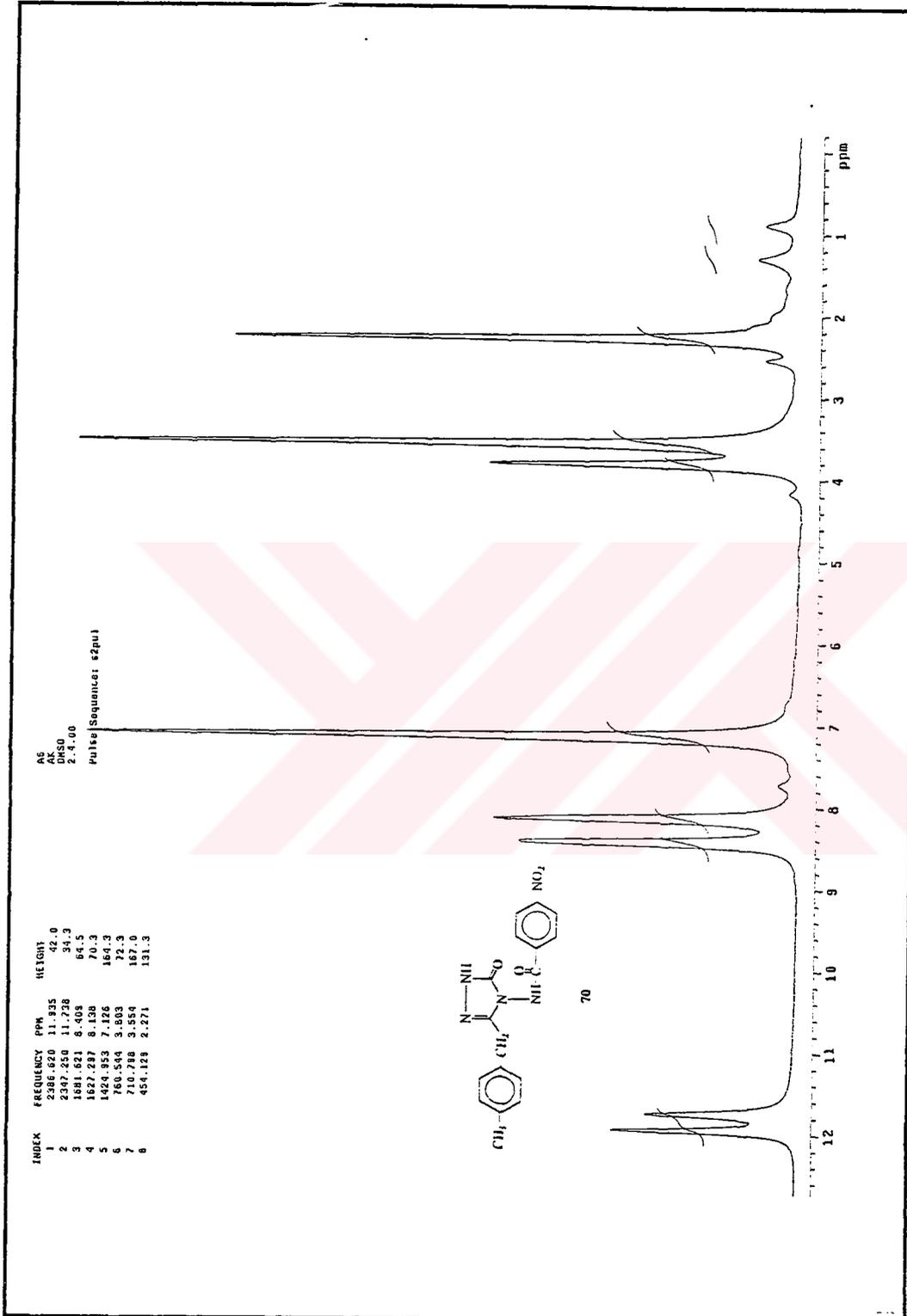
Ek Şekil 10. 69 Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spektrumu

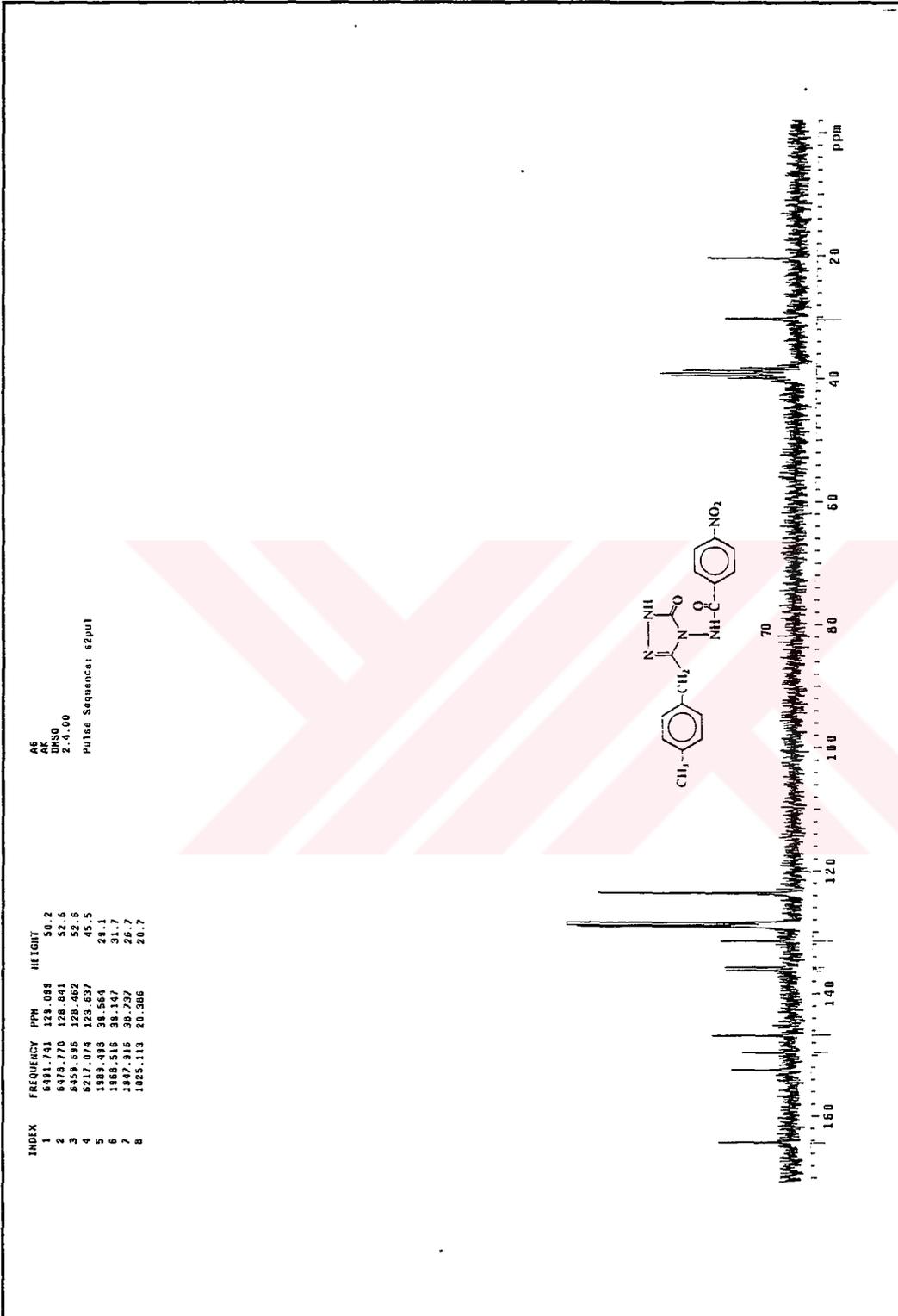


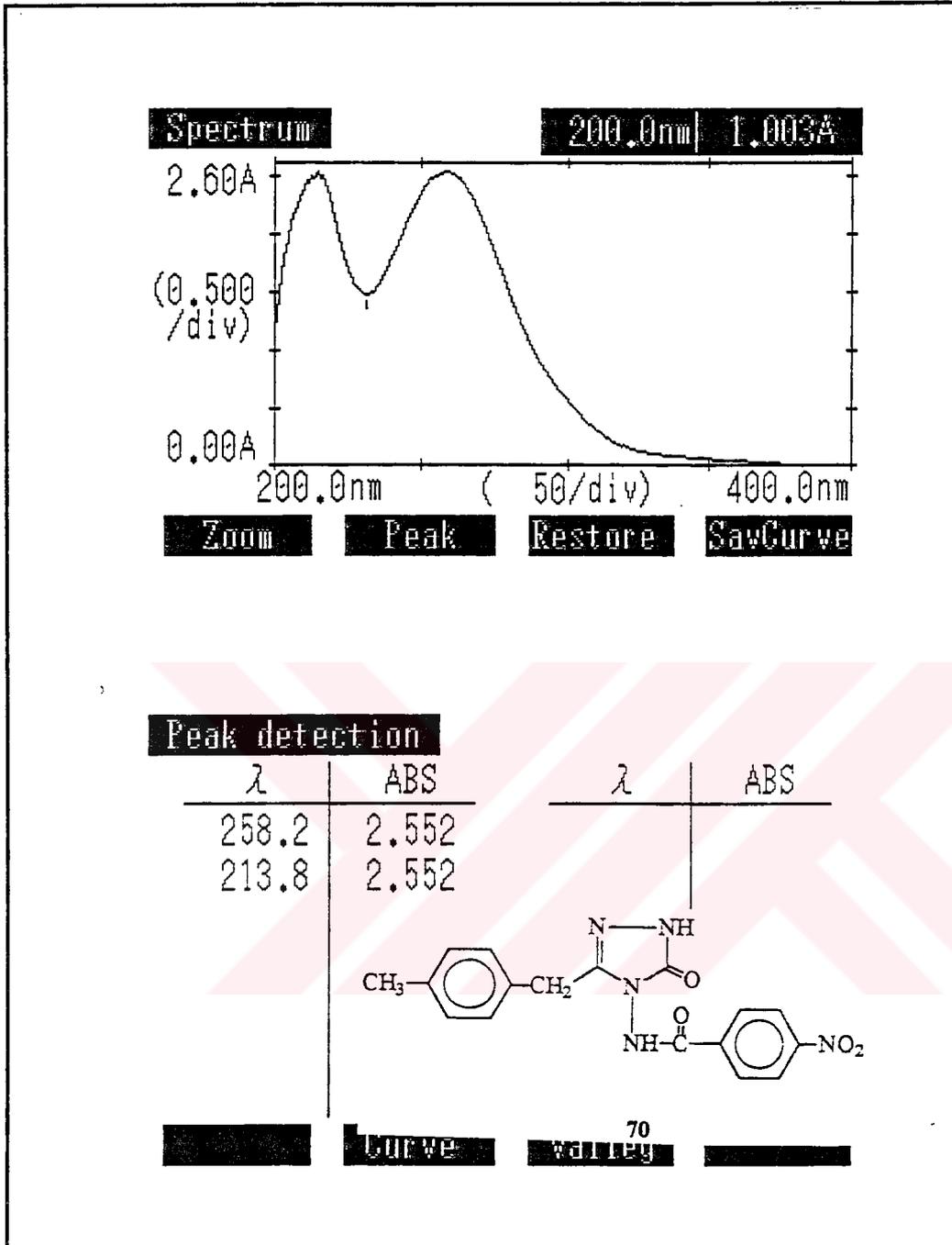
Ek Şekil 11. 69 Bileşiğinin UV Spektrumu



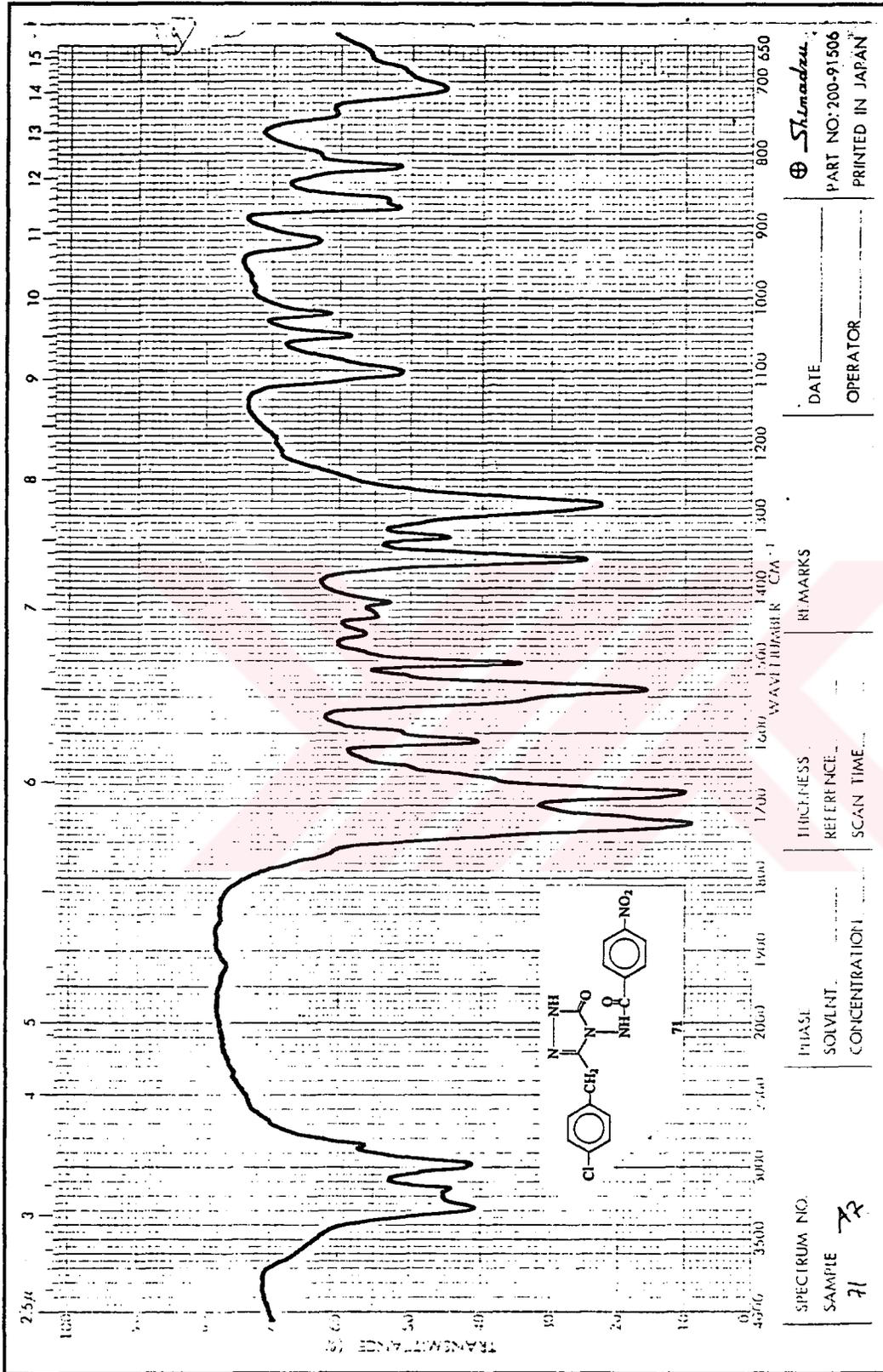
Ek Şekil 12. 70 Bileşiğinin IR Spektrumu

Ek Şekil 13. 70 Bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR Spektrumu

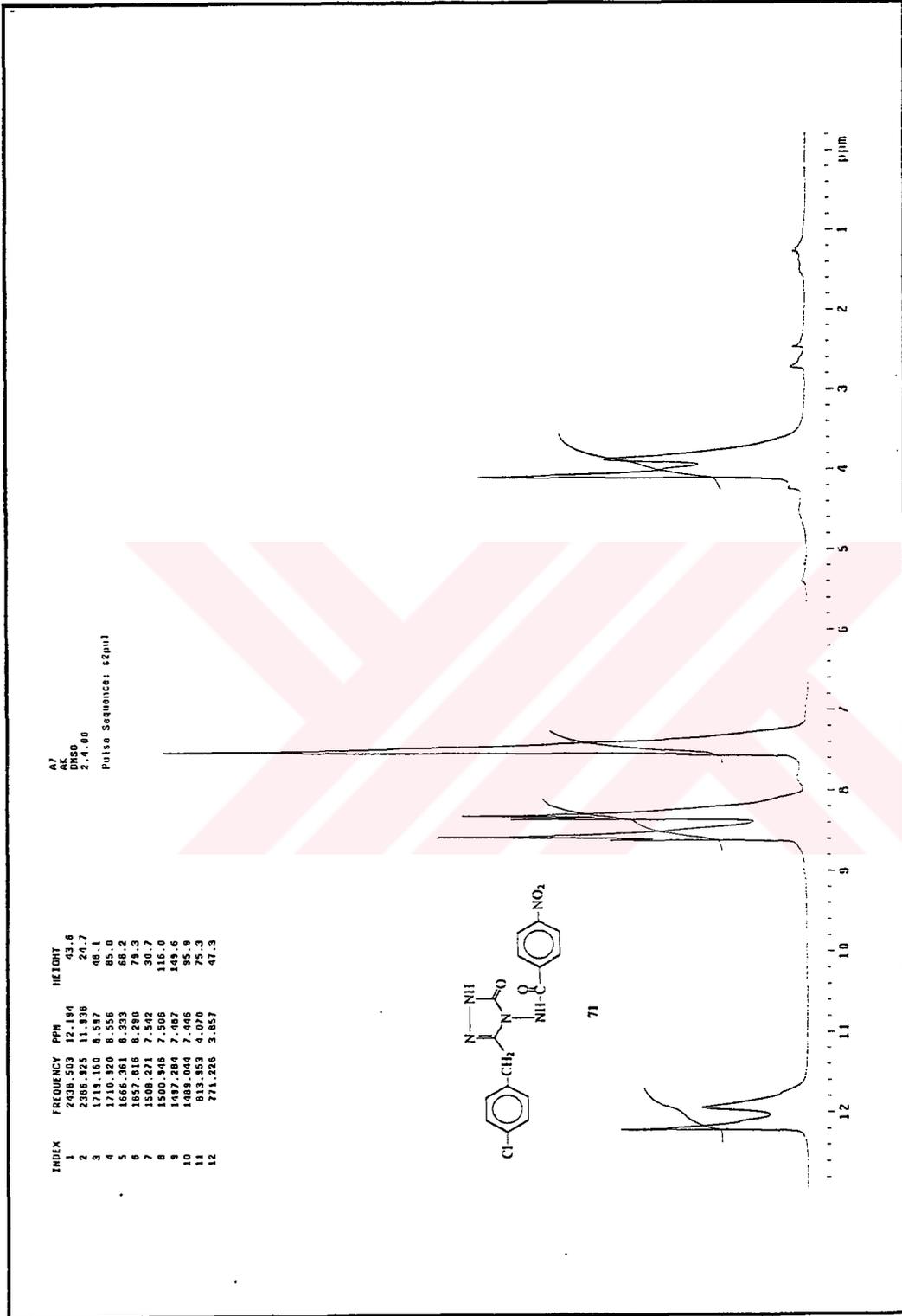

 Ek Şekil 14. 70 Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spektrumu

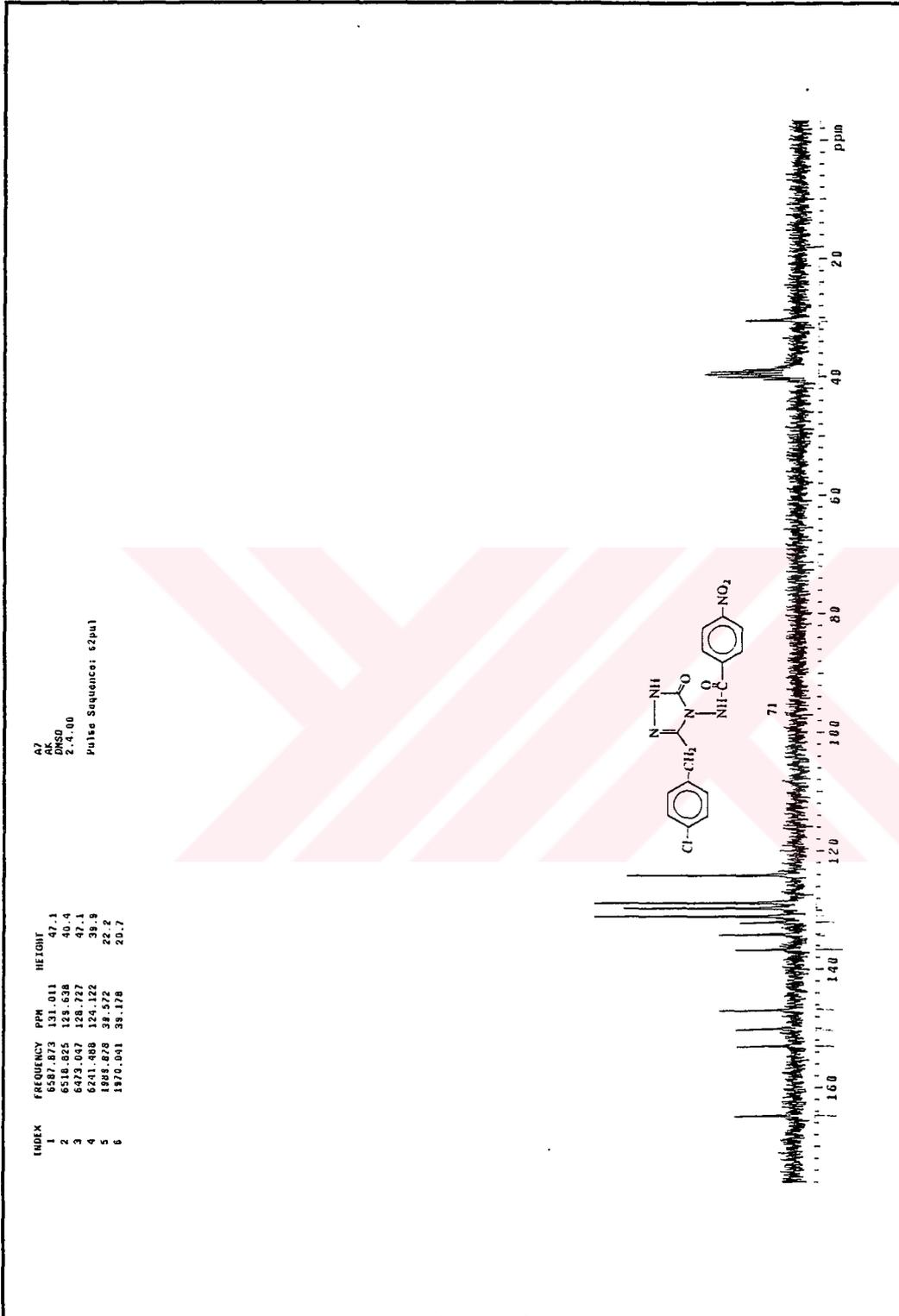


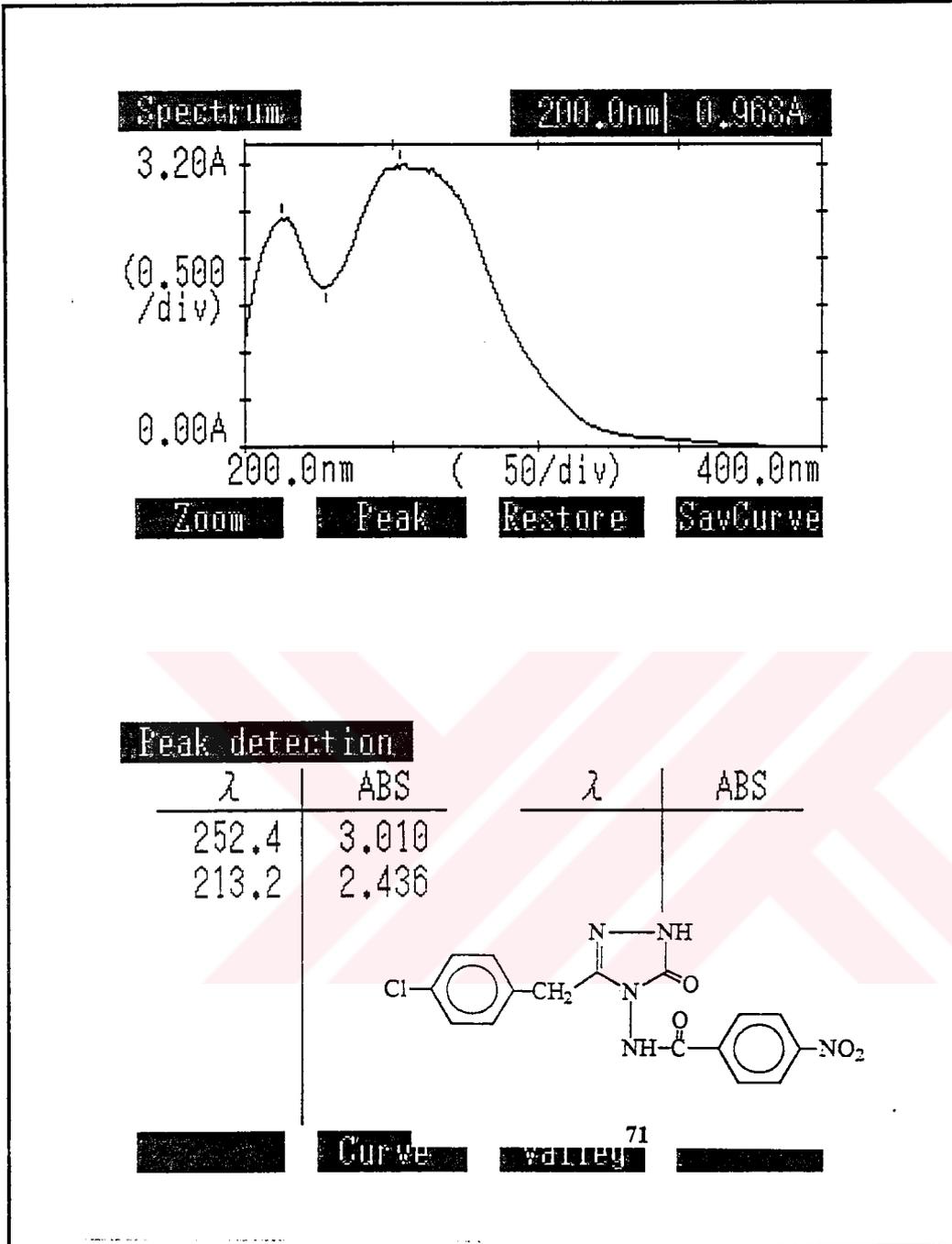
Ek Şekil 15. 70 Bileşiğinin UV Spektrumu



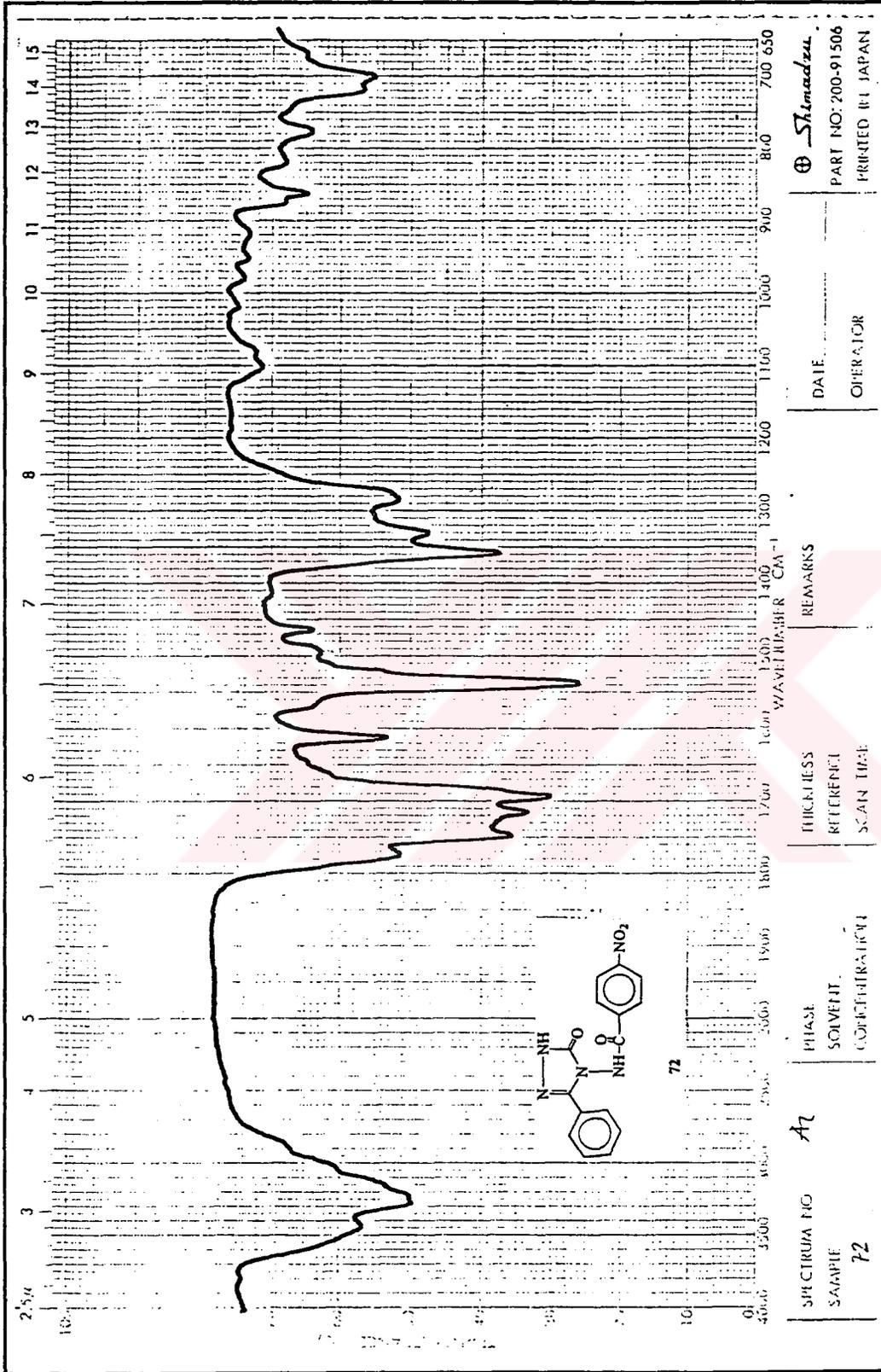
Ek Şekil 16. 71 Bileşiminin IR Spektrumu


 Ek Şekil 17. 71 Bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR Spektrumu

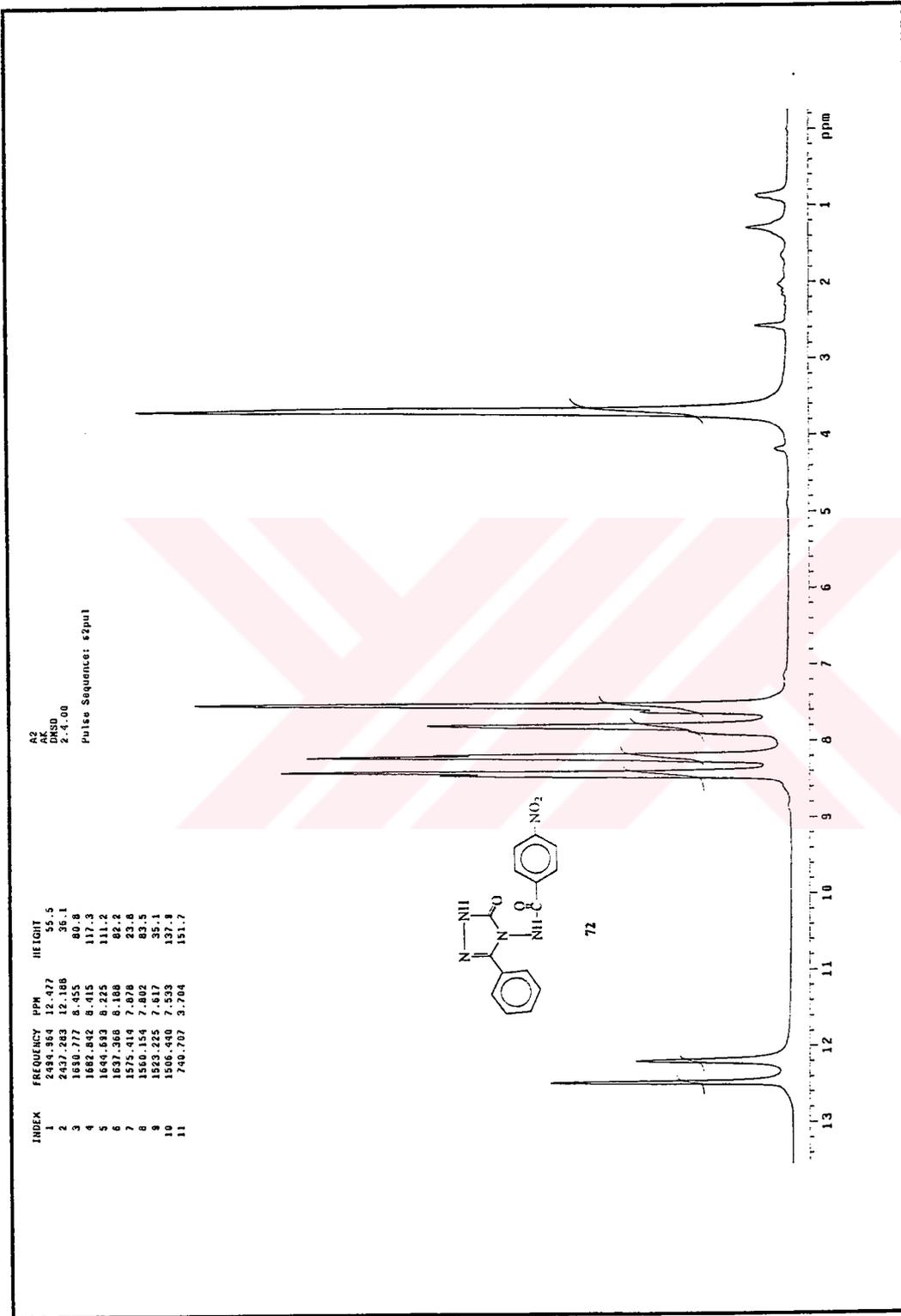
Ek Şekil 18. 71 Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spektrumu

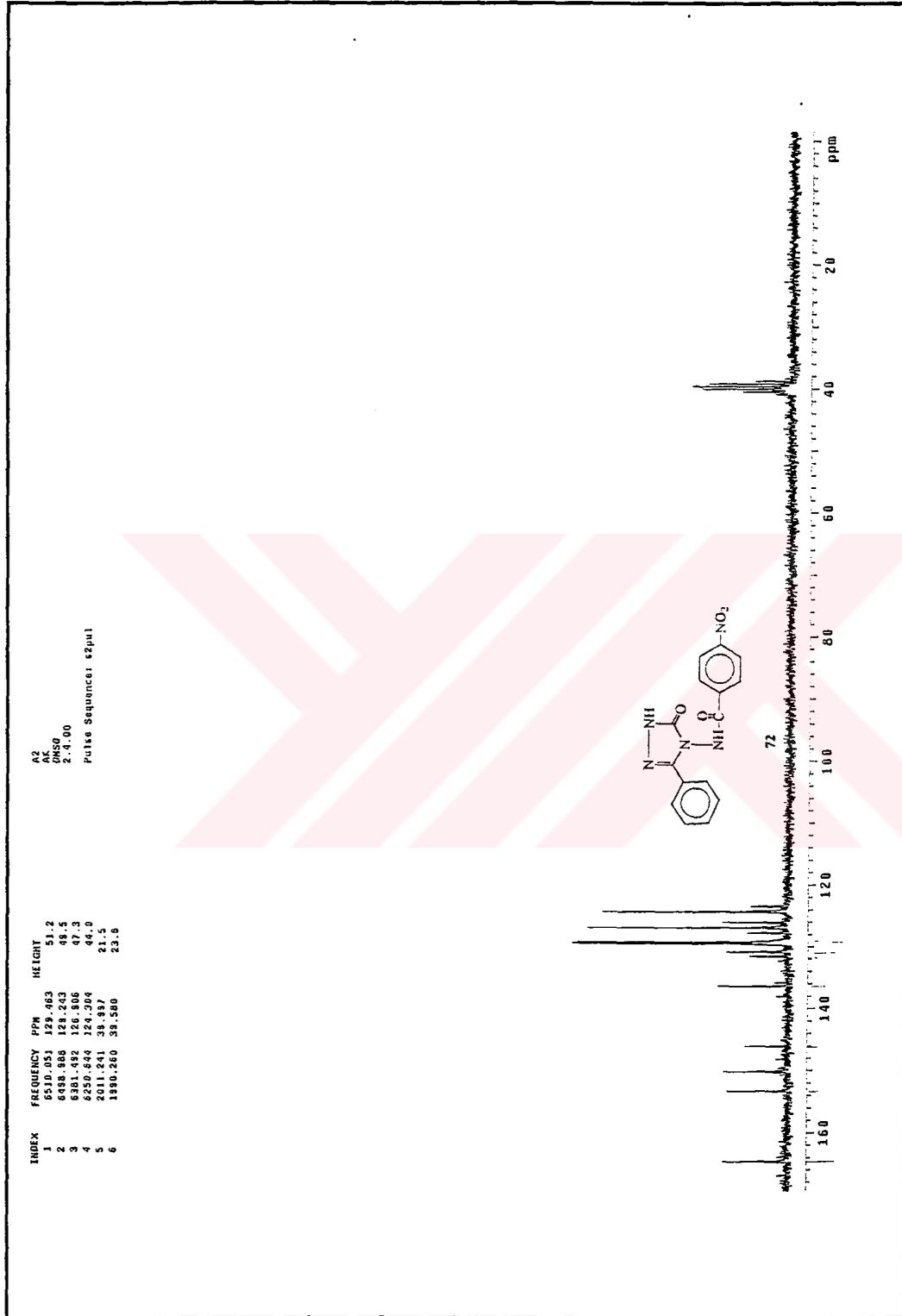


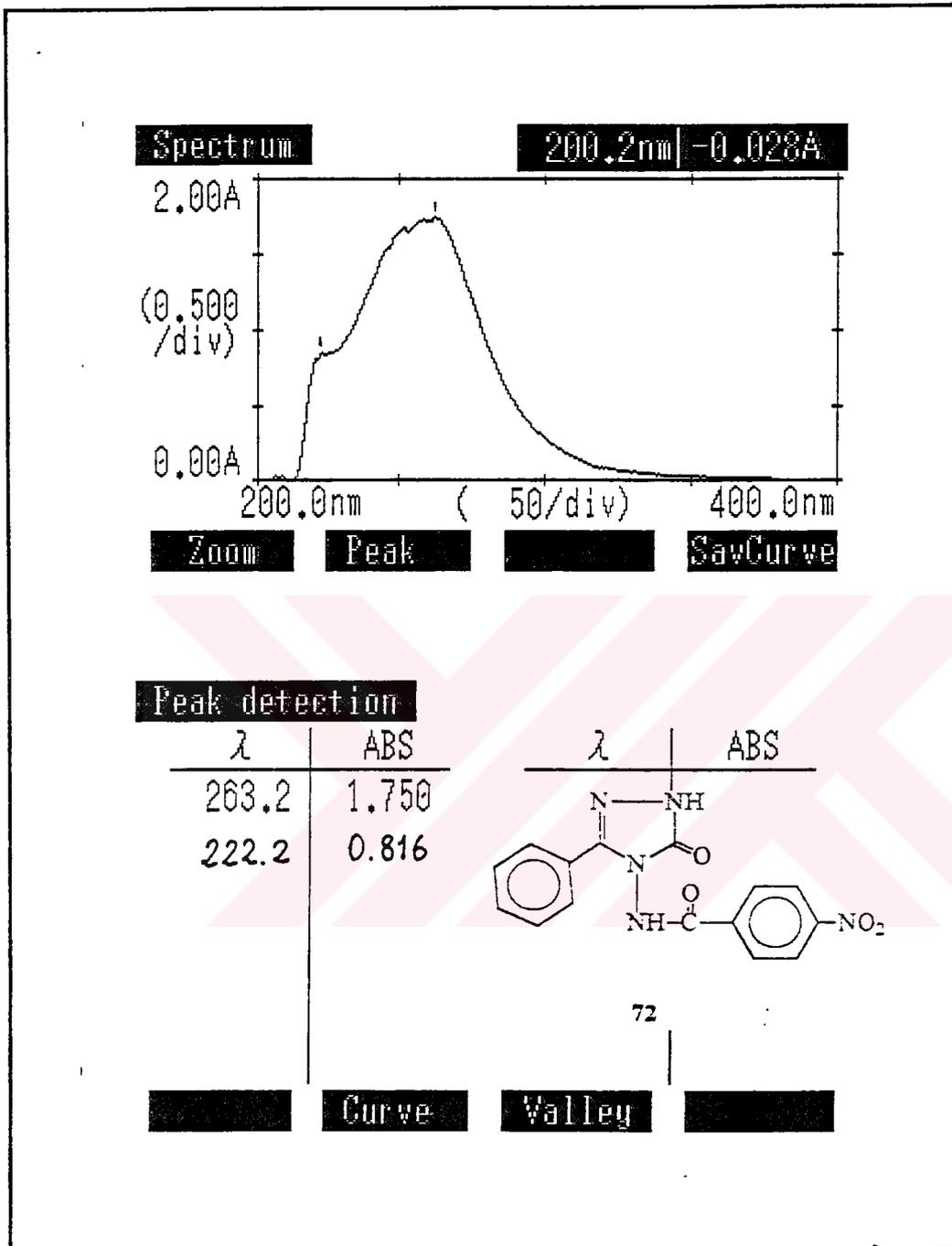
Ek Şekil 19. 71 Bileşiğinin UV Spektrumu



Ek Şekil 20. 72 Bileşiğinin IR Spektrogramı

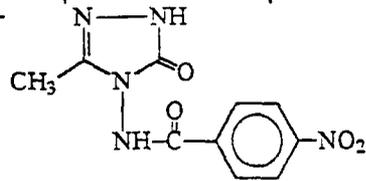
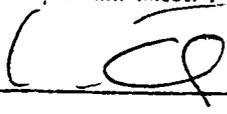

 Ek Şekil 21. 72 Bileşiğinin <sup>1</sup>H-NMR Spektrumu


 Ek Şekil 22. 72 Bileşiğinin <sup>13</sup>C-NMR Spektrumu

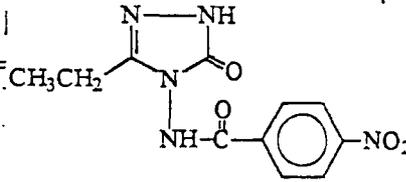
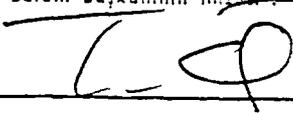


Ek Şekil 23. 72 Bileşiğinin UV Spektrumu

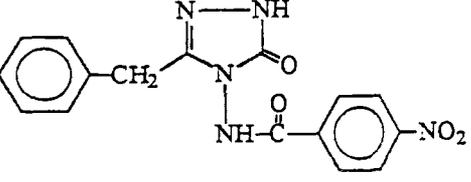
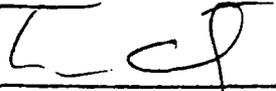
Tablo 8. 67 Bileşinin Elementel Analiz Raporu

|   |              |   |               |       |       |   |
|---|--------------|---|---------------|-------|-------|---|
| <br><b>TÜBİTAK</b>   |              | Marmara Araştırma Merkezi<br><b>ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUARLARI</b><br>P.K. 21. 41470 GEBZE - KOCAELİ<br>Tel: 0 (252) 641 23 00 / 4100 |               |       |       |   |
| <b>ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU</b>   |              |   |               |       |       |   |
| Analizi isteyen kişi/ <del>XXXXX</del> : Doç.Dr.Haydar YÜKSEK<br>K.T.Ü.Fatih Eğitim Fakültesi<br>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br>Adres, tel : TLF: 0362 2487300/1064<br>51335 Söğütü / TRABZON |              | Örnek tanıma kodu<br>1  |               |       |       |   |
| Analizi istenen elementler : C, H, N<br>Örneğin kapalı formülü : $C_{10}H_9N_5O_4$<br>Erime veya bozunma noktası : 260<br>Nem çekiciliği : --<br>Kurutuldu ise şartları : Vakumda           |              |   |               |       |       |   |
|   |              | <b>67</b>   |               |       |       |   |
|   | (%) C        | (%) H   | (%) N         | (%) S | (%) O | <input checked="" type="checkbox"/> Üniversite    |
| Teorik değerler   | 45.63        | 3.43  | 26.61         |       |       | <input type="checkbox"/> Endüstri                 |
| Analiz sonuçları  | 45.04        | 3.29  | 25.28         |       |       | <input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz |
|   |              |   |               |       |       | <input type="checkbox"/> Acil Analiz              |
| Analiz Ücretini Ödeyenin<br>Adı, Soyadı, Ünvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br>Adresi, tel : 61080 TRABZON<br>İmzası :   |              | Örnek geri isteniyor mu?<br><input type="checkbox"/> Evet<br><input checked="" type="checkbox"/> Hayır                                    |               |       |       |   |
| <b>KURUM TARAFINDAN DOLDIRULACAK</b>  |              |   |               |       |       |   |
| EAL KAYIT NO  | GELİŞ TARİHİ | BİTİŞ TARİHİ  | ANALİZ TUTARI |       |       |   |
| 992160  | 14.12.99     | 14.12.99  | 20.000.000    |       |       |   |
| Analizi yapanın imzası :  |              | Bölüm Başkanı'nın imzası :  |               |       |       |   |
|    |              |    |               |       |       |   |

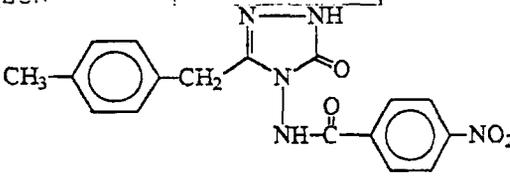
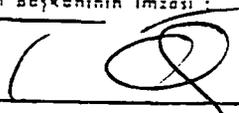
Tablo 9. 68 Bileşinin Elementel Analiz Raporu

|  <p>Marmara Araştırma Merkezi<br/>ENSTRÜMANTAL ANALİZ LABORATUARLARI<br/>P.K. 21, 41470 GEBZE - KOCAELİ<br/>Tel: 0 (252) 641 23 00 / 4100</p>   |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
|--|---|--------------|-------------------------|-------|-------|-------|-----------------|-------|------|-------|--|--|------------------|-------|------|-------|--|--|--|
| <p><b>ELEMENTEL ANALİZ I</b></p>   |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <p>Analizi isteyen kişi/<del>kurum</del>: Doç. Dr. Haydar<br/>K.T.Ü. Fatih Eğitim Fakültesi<br/>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br/>Adres, tel: TIF: 0462 2487300/1064<br/>61335 Söğütözü / TRABZON</p>  |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
|    |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <p>68</p>  |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <p>Analizi istenen elementler : C, H, N<br/>Örneğin kapalı formülü : <math>C_{11}H_{11}N_5O_4</math><br/>Erime veya bezunma noktası : 240<br/>Mem pakiciliği : --<br/>Kurutuldu ise şartları : Vakumda</p>   | <p>TÜBİTAK İçi<br/>Proje no :<br/><br/>U</p>  |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>(%) C</th> <th>(%) H</th> <th>(%) N</th> <th>(%) S</th> <th>(%) O</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Teorik değerler</td> <td>47.66</td> <td>4.00</td> <td>25.26</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Analiz sonuçları</td> <td>48.42</td> <td>3.99</td> <td>24.29</td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> |   | (%) C        | (%) H                   | (%) N | (%) S | (%) O | Teorik değerler | 47.66 | 4.00 | 25.26 |  |  | Analiz sonuçları | 48.42 | 3.99 | 24.29 |  |  | <p><input checked="" type="checkbox"/> Üniversite<br/><input type="checkbox"/> Endüstri<br/><input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz<br/><input type="checkbox"/> Acil Analiz</p> |
|  | (%) C   | (%) H        | (%) N                   | (%) S | (%) O |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Teorik değerler  | 47.66   | 4.00         | 25.26                   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analiz sonuçları   | 48.42   | 3.99         | 24.29                   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <p>Analiz ücretini ödeyenin<br/>Adı, Soyadı, Unvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br/>Adresi, tel : 61080 TRABZON<br/>İmzası</p>  | <p>Örnek geri isteniyor mu?<br/><input type="checkbox"/> Evet<br/><input checked="" type="checkbox"/> Hayır</p> |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <p>KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK</p>   |   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| EAL KAYIT NO   | GELİŞ TARİHİ  | BİTİŞ TARİHİ | ANALİZ TUTARI           |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| 992169   | 14.12.99  | 14.12.99     | 20.000.000,-<br>%17.kdv |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analizi yapanın imzası :   | Bölüm Başkanının imzası :   |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
|   |                             |              |                         |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |

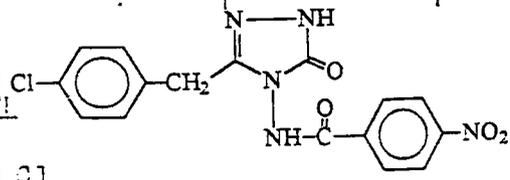
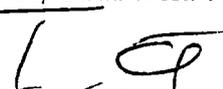
Tablo 10. 69 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

|   |              |  |                         |       |       |   |
|---|--------------|--|-------------------------|-------|-------|---|
|  <p>TÜBİTAK</p>  |              | <p>Marmara Araştırma Merkezi<br/>ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUARLARI<br/>P.K. 21, 41470 GEBZE - KOCAELİ<br/>Tel: 0 (262) 641 23 00 / 4100</p> |                         |       |       |   |
| <b>ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU</b>   |              |  |                         |       |       |   |
| <p>Analizi isteyen kişi/<del>KİŞİ</del> : Doç. Dr. Haydar YÜKSEK<br/>K.T.Ü. Fatih Eğitim Fakültesi<br/>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br/>Adres, tel : TLF: 0462 2487300/1064<br/>51335 Söğütlü / TRABZON</p>  |              | <p>Örnek tanıma kodu<br/>3</p>   |                         |       |       |   |
| <p>Analizi istenen elementler : C, H, N<br/>Örneğin kapalı formülü : <math>C_{16}H_{13}N_5O_4</math><br/>Erime veya bozunma noktası : 257<br/>Kam çekiciliği : --<br/>Kuruluşu ise şartları : Vakumda</p> |              |  <p>69</p>   |                         |       |       |   |
|   | (%) C        | (%) H  | (%) N                   | (%) S | (%) O | <input checked="" type="checkbox"/> Üniversite    |
| Teorik değerler   | 56.64        | 3.86   | 20.64                   |       |       | <input type="checkbox"/> Endüstri                 |
| Analiz sonuçları  | 55.47        | 3.86   | 19.38                   |       |       | <input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz |
|   |              |  |                         |       |       | <input type="checkbox"/> Acil Analiz              |
| <p>Analiz ücretini ödeyenin<br/>İdi, Soyadı, Ünvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br/>Adresi, tel : 61080 TRABZON</p>  |              | <p>Örnek geri isteniyor mu?<br/><input type="checkbox"/> Evet<br/><input checked="" type="checkbox"/> Hayır</p>                              |                         |       |       |   |
| İmzası  |              |  |                         |       |       |   |
| KURUM TARAFINDAN DOLDIRULACAK   |              |  |                         |       |       |   |
| EAL KAYIT NO  | GELİŞ TARİHİ | BİTİŞ TARİHİ   | ANALİZ TUTARI           |       |       |   |
| 992162  | 14.12.99     | 14.12.99   | 20.000.000.-<br>%17 KDV |       |       |   |
| Analizi yapanın imzası :  |              | Bölüm Başkanının imzası :  |                         |       |       |   |
|    |              |    |                         |       |       |   |

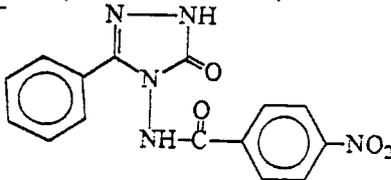
Tablo 11. 70 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

|  |              |   |  |       |       |  |
|--|--------------|---|--|-------|-------|--|
| <br><b>TUBITAK</b>  |              | Marmara Araştırma Merkezi<br>ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUARLARI<br>P.K.21, 41470 GEBZE - KOCAELİ<br>Tel: 0 (262) 641 23 00 / 4100 |  |       |       |  |
| <b>ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU</b>  |              |   |  |       |       |  |
| Analizi isteyen kişi/ <del>XXXXX</del> : Doç.Dr.Haydar YÜKSEK<br>K.T.Ü.Fatih Eğitim Fakültesi<br>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br>Adres, tel : Tlf: 0462 2487300/1064<br>61335 Söğütlü / TRABZON |              | Örnek tanıma kodu<br>5  |  |       |       |  |
| Analizi istenen elementler : C, H, N<br>Örneğin kapalı formülü : $C_{17}H_{15}N_5O_4$<br>Erime veya bezunma noktası : 239<br>Nem çekiciliği : --<br>Kuruldu ise şartları : Vakumda           |              |   |  |       |       |  |
|  |              | 70  |  |       |       |  |
|  | (%) C        | (%) H   | (%) N  | (%) S | (%) O | <input checked="" type="checkbox"/> Üniversite<br><input type="checkbox"/> Endüstri<br><input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz<br><input type="checkbox"/> Acil Analiz |
| Teorik değerler  | 57.79        | 4.28  | 19.82  |       |       |  |
| Analiz sonuçları   | 58.31        | 4.08  | 18.67  |       |       |  |
| Analiz ücretini ödeyenin<br>Adı, Soyadı, Ünvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br>Adresi, tel : 61080 TRABZON<br>İmzası :  |              |   |  |       |       | Örnek geri isteniyor mu?<br><input type="checkbox"/> Evet<br><input checked="" type="checkbox"/> Hayır   |
| KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK  |              |   |  |       |       |  |
| EAL KAYIT NO   | GELİŞ TARİHİ | BİTİŞ TARİHİ  | ANALİZ TUTARI  |       |       |  |
| 992168   | 24.12.99     | 14.12.99  | 20.000.000   |       |       |  |
| Analizi yapanın imzası :<br>S  |              |   | Bölüm Başkanının imzası :<br> |       |       |  |

Tablo 12. 71 Bileşinin Elementel Analiz Raporu

|  |              |  |                         |  |       |  |
|--|--------------|--|-------------------------|--|-------|--|
| <br><b>TÜBİTAK</b>  |              | Marmara Araştırma Merkezi<br>ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUARLARI<br>P.K. 21, 41470 GEBZE - KOCAELİ<br>Tel: 0 (262) 641 23 00 / 4100 |                         |  |       |  |
|  |              | <b>ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU</b>  |                         |  |       |  |
| Analizi isteyen kişi/ <del>KİŞİ</del> : Doç. Dr. Haydar YÜKSEK<br>K.T.Ü. Fatih Eğitim Fakültesi<br>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br>Adres, tel : Tlf: 0462 2487300/1064<br>51335 Söğütü / T1 |              | Örnek tanıma kodu  |                         |  |       |  |
| Analizi istenen elementler : C, H, N<br>Örneğin kapalı formülü : $C_{16}H_{12}N_5O_4$<br>Erime veya bozunma noktası : 246<br>Mem çökiciliği : --<br>Kurutuldu ise şartları : Vakumda     |              | 71   |                         |  |       |  |
|  | (%) C        | (%) H  | (%) N                   | (%) S  | (%) O | <input checked="" type="checkbox"/> Üniversite<br><input type="checkbox"/> Endüstri<br><input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz<br><input type="checkbox"/> Acil Analiz |
| Teorik değerler  | 51.42        | 3.24   | 18.74                   |  |       |  |
| Analiz sonuçları   | 52.20        | 3.18   | 18.36                   |  |       |  |
| Analiz ücretini ödeyenin<br>Adı, Soyadı, Ünvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br>Adresi, tel : 61080 TRABZON<br>İmzası :  |              | Örnek geri isteniyor mu?<br><input type="checkbox"/> Evet<br><input checked="" type="checkbox"/> Hayır                             |                         |  |       |  |
| <b>KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK</b>   |              |  |                         |  |       |  |
| EAL KAYIT NO   | GELİŞ TARİHİ | BİTİŞ TARİHİ   | ANALİZ TUTARI           |  |       |  |
| 992165<br><del>002160</del>  | 14.12.99     | 14.12.99   | 20.000.000,-<br>%17 KDV |  |       |  |
| Analizi yapanın imzası :    |              | Bölüm Başkanının imzası :                       |                         |  |       |  |

Tablo 13. 72 Bileşiminin Elementel Analiz Raporu

|  <p>Marmara Araştırma Merkezi<br/>ENSTRÜMENTAL ANALİZ LABORATUARLARI<br/>P.K. 21, 41470 GEBZE - KOCAELİ<br/>Tel: 0 (262) 641 23 00 / 4100</p>   |  |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
|--|--|---------------------------|---|-------|-------|-------|-----------------|-------|------|-------|--|--|------------------|-------|------|-------|--|--|--|
| <b>ELEMENTEL ANALİZ İSTEK FORMU</b>  |  |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analizi isteyen kişi/ <del>kurum</del> : Doç.Dr.Haydar YÜKSEK<br>K.T.Ü.Fatih Eğitim Fakültesi<br>Kimya Eğitimi ABD Başkanı<br>Adres, tel : TIF: 0462 2487300/1064<br>61335 Söğütü / TRABZON  | Örnek tanıma kodu<br><br>2   |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analizi istenen elementler : C, H, N<br>Örneğin kapalı formülü : $C_{15}H_{11}N_5O_4$<br>Erime veya bozunma noktası :<br>Nem çekiciliği : --<br>Kurutuldu ise şartlar : Vakumda  |                      |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| 72   |  |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>(%) C</th> <th>(%) H</th> <th>(%) N</th> <th>(%) S</th> <th>(%) O</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Teorik değerler</td> <td>55.39</td> <td>3.41</td> <td>21.53</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Analiz sonuçları</td> <td>54.22</td> <td>3.52</td> <td>19.30</td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> |  | (%) C                     | (%) H   | (%) N | (%) S | (%) O | Teorik değerler | 55.39 | 3.41 | 21.53 |  |  | Analiz sonuçları | 54.22 | 3.52 | 19.30 |  |  | <input checked="" type="checkbox"/> Üniversite<br><input type="checkbox"/> Endüstri<br><input checked="" type="checkbox"/> Normal Analiz<br><input type="checkbox"/> Acil Analiz |
|  | (%) C  | (%) H                     | (%) N   | (%) S | (%) O |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Teorik değerler  | 55.39  | 3.41                      | 21.53   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analiz sonuçları   | 54.22  | 3.52                      | 19.30   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analiz ücretini ödeyenin<br>Adı, Soyadı, Unvanı : KTÜ Araştırma Fonu<br>Adresi, tel : 61080 TRABZON<br>İmzası  | Örnek geri isteniyor mu?<br><input type="checkbox"/> Evet<br><input checked="" type="checkbox"/> Hayır |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| KURUM TARAFINDAN DOLDURULACAK  |  |                           |   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| EAL KAYIT NO   | GELİŞ TARİHİ   | BİTİŞ TARİHİ              | ANALİZ TUTARI   |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| 992169   | 14.12.99   | 14.12.99                  | 20.000.000<br>+ 872. KDV  |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |
| Analizi yapanın imzası :   |                     | Bölüm Başkanının imzası : |  |       |       |       |                 |       |      |       |  |  |                  |       |      |       |  |  |  |

## ÖZGEÇMİŞ

15.01.1971'de Akçaabat'da doğdu. İlkokulu Akçaabat Çilekli Köyü İlkokulu'nda, Ortaokul ve Lise öğrenimini Trabzon İmam-Hatip Lisesin'de tamamladı. 1990 yılında K.T.Ü. Fatih Eğitim Fakültesi Kimya Öğretmenliği Programına girdi ve programdan 1995 yılında mezun oldu. 1996 yılında K.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Orta Öğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisansa başladı.

Eylül 1996'da Çankırı'nın Orta İlçesinin Yıldırım Beyazıt Lisesine Kimya Öğretmeni olarak atandı. 1997 yılında Trabzon İmam-Hatip Lisesine Kimya Öğretmeni olarak tayin oldu. İki yıl Atatürk İlköğretim Okulu'nda, bir yıl İmam-Hatip Lisesin'de çalıştıktan sonra, Ata İlköğretim Okulu'na tayin oldu. Halen bu Okulda Fen Bilgisi Öğretmeni olarak görevine devam etmektedir. Evli ve bir çocuk babası.

**UZ ÜNİVERSİTESİ İZMİR KÜLTÜR  
ENSTİTÜSÜ**